

**Hochumgeformte**

**Leichtmetallverbundwerkstoffe und deren**

**festigkeitsbestimmende Faktoren**

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktor der Ingenieurwissenschaften**

**(Dr.-Ing.)**

eingereicht

von Dipl.-Ing. Tom Marr

geboren am 15.10.1983 in Pirna

an der Fakultät Maschinenwesen

der Technischen Universität Dresden

Tag der Einreichung: 04.11.2013

Tag der Verteidigung: 29.01.2014

Gutachter:

Prof. Dr. rer. nat. Ludwig Schultz (Erstgutachter)

Prof. Dr. rer. nat. Dr.-Ing. habil. Ulrich Martin (Zweitgutachter)



Diese Arbeit wurde unterstützt durch die Europäische Union und den Freistaat Sachsen im Rahmen des European Center for Emerging Materials and Processes (ECEMP) unter der SAB Vertragsnummer 100111842.







# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Stand der Technik</b>	<b>3</b>
2.1. Leichtmetalle . . . . .	3
2.2. Klassische Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung . . . . .	6
2.2.1. Mischkristallverfestigung . . . . .	7
2.2.2. Versetzungshärtung oder Kaltverfestigung . . . . .	7
2.2.3. Feinkornhärtung/Grenzflächenhärtung . . . . .	8
2.2.4. Teilchenhärtung . . . . .	9
2.2.5. Überlagerung von Härtungsmechanismen . . . . .	9
2.2.6. Die Stadien der Verformung . . . . .	9
2.2.7. Die Fließkurve . . . . .	11
2.3. Weitere Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung . . . . .	12
2.3.1. Nanokristallinität . . . . .	12
2.3.2. Verfestigung durch limitierte Versetzungsquellen . . . . .	13
2.4. Umformung durch Rundkneten . . . . .	14
<b>3. Technologieentwicklung und verwendete Analytik</b>	<b>17</b>
3.1. Leichtmetallverbunddrähte aus Titan und Aluminium . . . . .	17
3.2. Leichtmetallverbunddrähte aus Titan (Referenzsystem) . . . . .	20
3.3. Fließkurvenerstellung . . . . .	21
3.3.1. Titan Grade 1 . . . . .	21
3.3.2. Al-Legierung AA 5049 . . . . .	21
3.4. Ermittlung experimenteller Kenngrößen . . . . .	22
3.4.1. Mechanische Prüfung . . . . .	22
3.4.2. Rasterelektronenmikroskopie . . . . .	26
3.4.3. Röntgenographische Untersuchungen . . . . .	27
3.4.4. Dichtemessung . . . . .	29
3.4.5. Lichtmikroskopische Untersuchungen . . . . .	29
3.4.6. Rechengrößen . . . . .	30
3.5. Probenpräparation . . . . .	31
3.5.1. Allgemeine Präparationshinweise . . . . .	31
3.5.2. Für Lichtmikroskopie und Härtemessungen . . . . .	32
3.5.3. Für Röntgenographische Untersuchungen . . . . .	33
3.5.4. Für EBSD-Untersuchungen . . . . .	33

<b>4. Ultrafeinkörnige Leichtmetallverbundwerkstoffe</b>	<b>35</b>
4.1. Fließkurven der Einzelkomponenten bis hin zu hohen Umformgraden	37
4.1.1. Modellierung nach Ludwik . . . . .	39
4.1.2. Modellierung nach Hockett . . . . .	40
4.2. Fließverhalten der hergestellten Verbunde . . . . .	41
4.3. Lokale mechanische Eigenschaften im Verbund . . . . .	44
4.4. Gefügeeinfluss auf die lokalen mechanischen Eigenschaften . . . . .	52
4.5. Globale mechanische Eigenschaften . . . . .	55
4.6. Bruchflächenanalyse der Verbunde . . . . .	57
4.7. Globale Texturentwicklung . . . . .	58
4.8. Gefügeentwicklung . . . . .	60
4.8.1. AA 5049 . . . . .	60
4.8.2. Titan Grade 1 . . . . .	67
4.9. Einordnung der Ergebnisse . . . . .	69
4.10. Modellierung der Verbundfließspannung . . . . .	70
<b>5. Potential jenseits des Leichtbaus</b>	<b>77</b>
5.1. Herstellung von Titanaluminiddrähten . . . . .	77
5.1.1. Niedertemperaturbehandlung . . . . .	82
5.1.2. Hochtemperaturwärmebehandlung . . . . .	89
5.2. Anwendungen in der Medizintechnik . . . . .	91
5.3. Entwicklung höchstfester Leichtmetalllegierungen . . . . .	92
<b>6. Zusammenfassung der Ergebnisse</b>	<b>95</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>97</b>
<b>A. Fehleranalyse zur Fließspannungsberechnung</b>	<b>111</b>
A.1. Fehler im Zugversuch . . . . .	111
A.2. Fließspannungsberechnung . . . . .	111
<b>B. Bildanhang</b>	<b>115</b>

## Selbstständigkeitserklärung

Hiermit versichere ich, Tom Marr, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe; die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht.

Bei der Auswahl und Auswertung des Materials sowie bei der Herstellung des Manuskripts habe ich Unterstützungsleistungen von Dr. rer. nat. et Ing. habil. Jens Freudenberger erhalten. Weitere Personen waren an der geistigen Herstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich nicht die Hilfe eines kommerziellen Promotionsberaters in Anspruch genommen. Dritte haben von mir keine geldwerten Leistungen für Arbeiten erhalten, die in Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen.

Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt und ist auch noch nicht veröffentlicht worden.

Die Promotionsordnung der Fakultät Maschinenwesen der Technischen Universität Dresden vom 01.07.2001 erkenne ich an.

Dresden, den 04.11.2013

---

Dipl.-Ing. Tom Marr



# 1. Einleitung

In ihrem „World Energy Outlook 2012“ nimmt die Internationale Energie Agentur an, dass das globale Ölfördermaximum bereits im Jahr 2008 überschritten wurde [1]. Einer der am meisten genutzten fossilen Energieträger geht den Menschen damit auf absehbare Zeit und für immer verloren. Gleichzeitig steigt der globale Energieverbrauch durch die wachsende Weltbevölkerung und den zunehmenden Wohlstand in vielen Schwellenländern. Damit ist *ein* Kernproblem vieler Volkswirtschaften bereits benannt. Um in Zukunft den Energiehunger der Menschen mindestens im gleichen Maße wie bisher stillen zu können, müssen bestehende, energieintensive Prozesse so umgestaltet werden, dass bei gleichem Ertrag weniger Energie eingesetzt werden muss.

So zumindest lautet eine Teillösung für die heraufziehende Energiekrise im Sinne des konstruktiven Leichtbaus. Gewichtseinsparungen in mobilen Anwendungen oder Produkten senken den Energiebedarf. In den Ingenieursdisziplinen praktisch nicht diskutiert wird jedoch die genau entgegengesetzte These. Bereits 1865 erörterte Jevons in seinem Buch „The Coal Question“ die These, dass, wenn eine Technologie oder ein Prozess energieeffizienter wird, die resultierende Energieeinsparung durch Mehrnutzung überkompensiert wird [2]. Heute ist diese These unter dem Begriff „Rebound Effect“ in der Ökonomie bekannt. Die Hauptargumente der These sind die Verbilligung der effizienter gewordenen Energiedienstleistung und damit deren stärkere Nachfrage. Das selbe gilt in gleicher Form für den Energieträger(-rohstoff). Dazu kommt, dass durch den gesunkenen Preis der Energiedienstleistung Geld eingespart wird, was an anderer Stelle für Dinge genutzt werden kann, die ihrerseits die Energienachfrage wieder zusätzlich steigern.

Die Fachzeitschrift *Nature* veröffentlichte Anfang 2013 einen Kommentar zu diesem Thema [3], in dem die Autoren einräumen, dass es den Reboundeffekt tatsächlich gibt, allerdings bewerten sie ihn als klein und sehen darin „keine Entschuldigung für Untätigkeit“. Vor diesem Hintergrund ist die Hauptmotivation dieser Arbeit zu sehen, die darin besteht, möglichst leichte und gleichzeitig feste Werkstoffe zu entwickeln. In Zukunft können so Energieeinsparungen durch Gewichtsreduktion bewegter Teile bzw. Systeme ermöglicht werden.

Da in der Natur die Festigkeit der Stoffe bzw. Werkstoffe mit deren Massendichte korreliert [4], bieten sich dem Werkstoffingenieur zwei Möglichkeiten das genannte Ziel zu erreichen: Entweder er reduziert die effektive Dichte bereits sehr fester

Werkstoffe durch konstruktive bzw. geometrische Optimierungen<sup>1</sup>, oder es gelingt sehr leichte Werkstoffe mit deutlich gesteigerter Festigkeit herzustellen.

Die erstgenannte Verfahrensweise stellt zu großen Teilen ein konstruktives bzw. fertigungstechnisches Problem dar. Von werkstoffwissenschaftlichem Interesse ist deshalb nur die zweite Möglichkeit. Dabei sollen sämtliche derzeit bekannte festigkeitssteigernde Faktoren und möglicherweise auch deren Synergien genutzt werden um einen hochfesten Leichtbauwerkstoff herzustellen. Dazu muss gleichzeitig ein neuartiges Hochumformverfahren für Leichtmetallverbundwerkstoffe erarbeitet werden, das diesen Anforderungen entspricht und eine dafür geeignete Werkstoffkombination gefunden werden. Konventionelle Verfahren zur Hochumformung erlauben häufig nur unter erheblichem Mehraufwand die Verarbeitung von Verbundwerkstoffen, weshalb die Hochumformung von Leichtmetallverbundwerkstoffen zur Festigkeitssteigerung in der Literatur praktisch keine Rolle spielt. Deshalb soll in dieser Arbeit das Umformverfahren Rundkneten zur Anwendung kommen, das die Hochumformung auch sehr heterogener Werkstoffe erlaubt. Darüber hinaus wird eine zusätzliche positive Wirkung auf die Festigkeit durch eingebaute Grenzflächen auf den Gesamtverbund erwartet.

Wie sich im Laufe der Arbeit heraus stellte, eignet sich das verwendete Verfahren nicht ausschließlich zur Festigkeitssteigerung von Verbundwerkstoffen. Durch die sehr regelmäßige und fraktale Anordnung der Komponenten im Gesamtverbund ergaben sich auch einige Anknüpfungspunkte, die weit über die Eignung im Sinne eines Leichtbauwerkstoffes hinaus gehen. Aus diesem Grund liegt der Schwerpunkt der Arbeit zwar auf der mechanischen Charakterisierung der hergestellten Verbunde, in Kapitel 6 werden aber auch weitere Nutzungsmöglichkeiten diskutiert.

Die gewählte Materialkombination Titan-Aluminium ist als Beispiel zu verstehen. Prinzipiell ist das vorgestellte Verfahren auf viele weitere Materialkombinationen anwendbar, solange grundlegende umformtechnische Regeln beachtet werden.

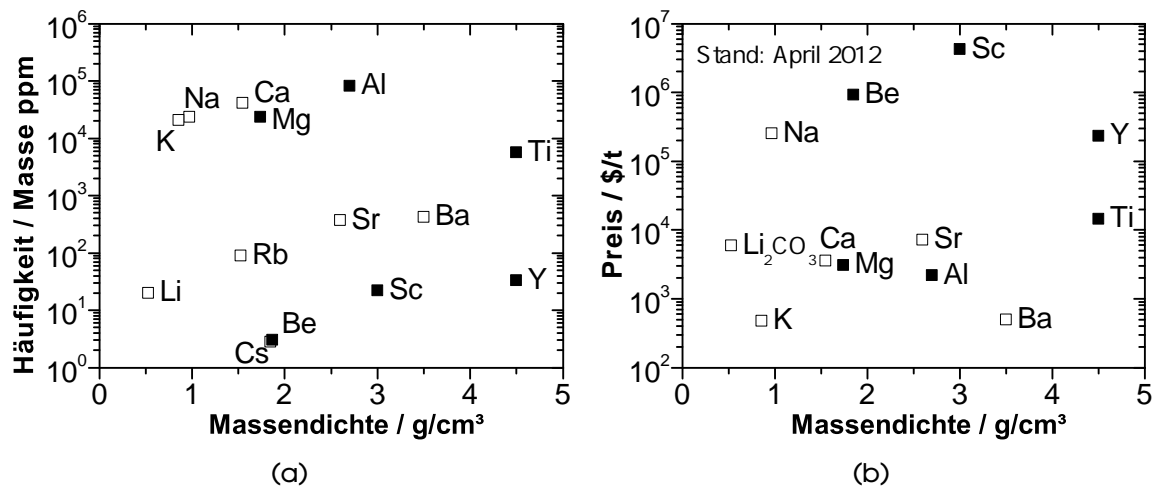
---

<sup>1</sup>Beispiel: Fahrradrahmen können durch den Einsatz hochfester Stähle mit immer dünnwandigeren Rohren ausgelegt werden und damit auch vom Gewicht her mit Aluminium- oder Titanrahmen konkurrieren.

## 2. Stand der Technik

### 2.1. Leichtmetalle

Erstaunlich viele Elemente verdienen die Bezeichnung „Leichtmetall“. Üblicherweise bezieht man sich dabei auf Metalle, deren Massendichte geringer als  $5 \text{ g/cm}^3$  ist. Dazu zählen u. a. die in Abb. 2.1 gezeigten Elemente Aluminium, Barium, Beryllium, Calcium, Kalium, Lithium, Magnesium, Natrium, Rubidium, Scandium, Strontium, Titan und Yttrium. Unter Normalbedingungen leicht entzündliche oder hochreakti-



**Abbildung 2.1** Übersicht fast aller als Leichtmetall zählenden Elemente des Periodensystems. Unter Normalbedingungen hochreaktive oder sehr niedrig schmelzende Elemente sind durch nicht ausgefüllte Symbole dargestellt: a) Häufigkeit in der Erdkruste nach Taylor (5) und b) Preis in  $\text{\$/kg}$  - Daten von April 2012

ve Elemente sind häufig nicht wirtschaftlich handhabbar und erfordern besondere Sicherheitsvorschriften. Zudem entfällt dadurch die Möglichkeit, auf diesen Elementen basierende Legierungen für den konstruktiven Leichtbau zu entwickeln, da der Einsatz an Luft oder an Luftfeuchtigkeit unmöglich ist.

Das bei Raumtemperatur leichteste aller festen Elemente Lithium nimmt eine Sonderstellung ein. Es reagiert zwar an Luft mit Sauerstoff und Stickstoff zu  $\text{Li}_2\text{O}$  bzw.  $\text{Li}_3\text{N}$ , entzündet sich jedoch nicht spontan und kann daher unter besonderen Vorsichtsmaßnahmen zumindest als Legierungselement genutzt werden.

Die besonders seltenen Leichtmetalle Be, Sc und Y sind häufig sehr teuer und im Falle von Be sogar giftig und karzinogen. Daher eignen sie sich ebenfalls kaum

für den Einsatz im konstruktiven Leichtbau und finden lediglich in Spezialanwendungen Verwendung (Be: Fenster für Röntgenstrahlungsquellen oder Legierungselement für hochfeste Kupferlegierungen, Sc: Lampentechnik, Y: in der Lasertechnik, in Hochtemperatursupraleitern oder als Dispersoid in Form von  $Y_2O_3$ ).

Aus den genannten Gründen wird für technische Anwendungen daher der Einsatz von Aluminium, Titan und Magnesium favorisiert. Einen Überblick über deren – im werkstoffwissenschaftlichen Sinne – wichtigste Eigenschaften gibt Tabelle 2.1.

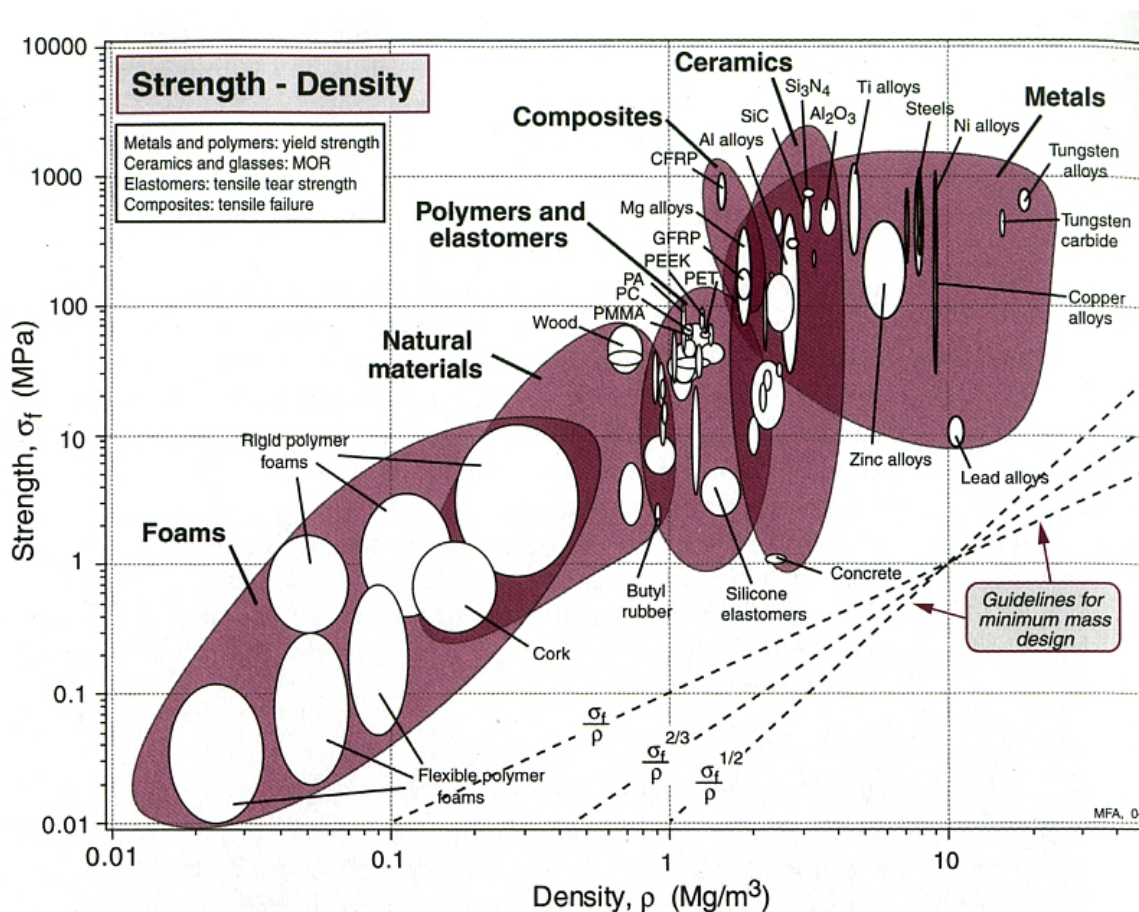
**Tabelle 2.1** Eigenschaftsspektrum der wichtigsten Leichtmetalle. Angegebene Werkstoffeigenschaften beziehen sich auf die technisch reinsten Legierungen.

	Magnesium	Aluminium	Titan
<b>Physikalische Eigenschaften</b>			
Atomgewicht / g/mol	24,305	26,98154	47,9
Kristallstruktur	hdp	kfz	hdp
c/a Verhältnis	1,62	–	1,587 <sup>[6]</sup>
Elastizitätsmodul / GPa	44,2 <sup>[7]</sup>	66,6 <sup>[8]</sup>	115 <sup>[6]</sup>
Schubmodul / GPa	17,7 <sup>[7]</sup>	25 <sup>[8]</sup>	44 <sup>[6]</sup>
Dichte / g/cm <sup>3</sup>	1,738 <sup>[7]</sup>	2,699 <sup>[8]</sup>	4,5 <sup>[6]</sup>
therm. Leitfähigkeit / W/mK	146,5 <sup>[7]</sup>	235 <sup>[8]</sup>	14,99 <sup>[6]</sup>
therm. Ausdehnungskoeffizient 10 <sup>-6</sup> /K	25,3 <sup>[7]</sup>	23,6 <sup>[8]</sup>	8,36 <sup>[6]</sup>
spez. Wärmekapazität J/kg K	1020 <sup>[7]</sup>	890 <sup>[8]</sup>	523 <sup>[6]</sup>
<b>Werkstoffeigenschaften</b>			
Dehngrenze / MPa	49 <sup>[7]</sup>	32 <sup>[8]</sup>	140 <sup>[6]</sup>
Zugfestigkeit / MPa	108 <sup>[7]</sup>	80 <sup>[8]</sup>	235 <sup>[6]</sup>
Bruchdehnung / %	<10 <sup>[7]</sup>	160 <sup>[8]</sup>	50 <sup>[6]</sup>
Korrosionsbeständigkeit	–	+	++
Preis / \$/kg <sup>1</sup>	2,99	2,15	14,17

<sup>1</sup> Stand: April 2012

Im direkten Vergleich zeigt das teurere Titan dabei die höchsten Festigkeitswerte, hat aber auch die höchste Dichte. Konventionelle Titanlegierungen haben zudem tlw. Zugfestigkeiten weit über 1 GPa. Die festesten Aluminiumlegierungen erreichen dagegen ca. 750 MPa, während die konventionellen Magnesiumlegierungen in aller Regel 350 MPa Zugfestigkeit nicht überschreiten. Auch bei den Legierungen der genannten Grundwerkstoffe zeichnet sich der Trend ab, dass mit steigender Dichte eines Werkstoffes eine höhere Festigkeit erreicht werden kann. Dieser Trend ist nicht nur auf die Metalle beschränkt, wie bspw. Ashby [4] zeigt. In Abb. 2.2 ist diese Korrelation für die meisten Werkstoffgruppen in einem Diagramm dargestellt. Aus





**Abbildung 2.2** Festigkeit der Werkstoffe in Abhängigkeit ihrer Massendichte nach Ashby (4).  
Mit zunehmender Dichte steigt tendenziell auch die Festigkeit der Werkstoffe.

dieser Einsicht leitet sich ein Widerspruch zu den Anforderungen im konstruktiven Leichtbau ab: Eine Energieeinsparung über die Substitution von zur Zeit verwendeten Werkstoffen durch leichtere geht automatisch mit einem Verlust an Festigkeit einher. Das macht es notwendig entweder Querschnittsvergrößerungen (und damit Massezuwachs) oder konstruktive Alternativlösungen in Betracht zu ziehen, wenn für die Anwendung die gleichen mechanischen Anforderungen gelten sollen wie zuvor. Aus diesem Dilemma entsteht unmittelbar die Forderung nach hochfesten und gleichzeitig leichten Werkstoffen. Sie lässt sich theoretisch auf drei Wegen erreichen: 1) bereits sehr feste Werkstoffe müssten leichter gemacht werden, 2) gänzlich neue Werkstoffe müssten gefunden werden, bspw. über Verbundkonzepte oder 3) bereits sehr leichte Werkstoffe müssten fester gemacht werden.

Der erste Fall lässt sich häufig nur durch Materialeinsparung in wenig belasteten Bauteilregionen oder durch Festigkeitssteigerung und Querschnittsreduktion erreichen. Herstellungskosten und Entwicklungsaufwand wachsen dadurch stetig an. Die zweite Möglichkeit ist sehr vielversprechend, da die Kombination verschiedener

Werkstoffe gänzlich neue Eigenschaftsprofile erwarten lassen. Jedoch ist hier der Entwicklungsaufwand enorm und im Einsatz muss mit vielen neuen Problemen gerechnet werden, wie z. B. Haftung, Zuverlässigkeit und Herstellung betreffend sowie bei Temperaturschwankungen. Die dritte Möglichkeit enthält das gesamte Gebiet der konventionellen Legierungsentwicklung, wie auch einige neuartige Ansätze.

Die vorliegende Arbeit hat den Anspruch, im Folgenden die Punkte zwei und drei so zu kombinieren, dass gegebenenfalls Synergieeffekte dazu führen, dass die spezifische Festigkeit solcher Werkstoffe weiter erhöht werden kann. In den folgenden Abschnitten werden daher die klassischen Möglichkeiten der Festigkeitssteigerung wie auch einige weniger gebräuchliche Ansätze dazu diskutiert, um einen Überblick über die relevanten Mechanismen zu geben.

## 2.2. Klassische Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung

Um Ein- oder Vielkristalle plastisch zu verformen, gibt es verschiedene grundlegende Möglichkeiten. Zum einen ist es möglich Versetzungen durch den Kristall zu bewegen, zum anderen kann eine Formänderung über Zwillingsbildung erfolgen. Vielkristalle bieten zusätzlich die Möglichkeit der Kristallumlagerung, bspw. über Korngrenzengleiten, wie es für superplastisches Verhalten [9] beobachtet wird oder bei Auftreten einer intergranularen Flüssigphase. Für nanokristalline (nk) Gefüge wird ebenfalls vermutet, dass Korngrenzengleiten zur Plastizität beiträgt [10, 11, 12]. Dass dieser Mechanismus tatsächlich möglich ist, zeigt Gorkaya in einer eindrucksvollen Arbeit an Bikristallexperimenten [13]. Es gibt vermehrt Hinweise darauf, dass mit sinkender Korngröße für nk Werkstoffe ein Übergang von Plastizität durch Versetzungsbewegung hin zu Korngrenzengleiten stattfindet. In der Literatur wird dieser Effekt häufig nicht ganz exakt als „inverser Hall-Petch Effekt“ [14, 15] bezeichnet<sup>2</sup>. Sind jedoch alle Prozesse, die zur Verformung eines Werkstoffes beitragen bekannt, so kann man durch deren Behinderung die Festigkeit eines Werkstoffes erhöhen.

Der wichtigste, da häufigste Mechanismus der Plastizität ist die Versetzungsbewegung. Daher beschäftigt sich die konventionelle Legierungsentwicklung zur Steigerung der Festigkeit primär mit der Behinderung der Versetzungsbewegungen durch a) Mischkristallverfestigung, b) Versetzungswechselwirkungen, c) Feinkorn- oder Korngrenzenhärtung sowie d) der Ausscheidungs- bzw. Dispersionsverfestigung.

---

<sup>2</sup>Nicht ganz exakt deshalb, da der Begriff „inverser Hall-Petch Effekt“ eine Umkehrung dessen suggeriert. Der Hall-Petch Beziehung liegt allerdings die Versetzungsbewegung und -wechselwirkung mit Korngrenzen im Polykristall zugrunde, dem „inversen Hall-Petch Effekt“ jedoch vermutlich das Korngrenzengleiten. Die Bezeichnung ist also irreführend, da sich der gesamte Verformungsmechanismus ändert und nicht nur seine Wirkung.

### 2.2.1. Mischkristallverfestigung

In einem Wirtsgitter eingelagerte Fremdatome rufen aufgrund ihrer unterschiedlichen Atomradien im Vergleich zu den Matrixatomen elastische Spannungen im Wirtsgitter hervor. Dabei ist es zunächst unerheblich, ob diese als Einlagerungs- oder als Zwischengitteratome vorliegen. Diese Spannungsfelder sind anschließend in der Lage, mit denen der Versetzungen in Wechselwirkung zu treten. Dieser Effekt wird auch als *parelastische Wechselwirkung* bezeichnet.

Ferner ist der Schubmodul des Gitters, in dem sich eine Versetzung befindet, abhängig von der Konzentration der darin befindlichen Fremdatome. Da die Energie der Versetzungslinie direkt vom Schubmodul abhängig ist, ist bei deren Bewegung durch Kristallgebiete mit lokaler Fremdatomfluktuation eine Änderung der Linienenergie der Versetzung zu erwarten. Die Bewegung kann dadurch erschwert werden, dass eine einmal gefundene günstige Lage der Versetzungslinie nur durch eine erhöhte Schubspannung im Gleitsystem überwunden werden kann. Dieser Effekt wird als *dielastische Wechselwirkung* bezeichnet.

Zudem kann in Werkstoffen, in denen Versetzungen aufspalten können, die Aufspaltungsweite über Mischkristallatome beeinflusst werden. Da die Stapelfehlerenergie von der Legierungskonzentration abhängig ist, beeinflusst sie direkt die Fähigkeit zur Versetzungsaufspaltung und damit die Beweglichkeit von Versetzungen (Suzuki-Effekt).

Es kann analytisch gezeigt werden, dass durch die genannten Überlegungen eine Schubspannungserhöhung in der Gleitebene einer Versetzung  $\Delta\tau_{c-MK}$  eintritt, die proportional zur Quadratwurzel der Mischkristallkonzentration ist [16]:

$$\Delta\tau_{c-MK} = \frac{1}{\sqrt{3}} G(|\delta| + \beta|\epsilon|)^{\frac{3}{2}} \sqrt{c_{MK}} \approx a \sqrt{c_{MK}}. \quad (2.1)$$

Dabei beschreiben  $\delta = \frac{d \ln a}{d c_{MK}}$  die Änderung der Gitterkonstante  $a$  und  $\epsilon = \frac{d \ln G}{d c_{MK}}$  die Änderung des Schubmoduls  $G$  mit der Mischkristallkonzentration  $c_{MK}$  (par- bzw. dielastischer Anteil),  $\beta \approx \frac{1}{20}$  ist eine Konstante.

### 2.2.2. Versetzungshärtung oder Kaltverfestigung

Versetzungen sind Gitterfehler. Damit erzeugen sie ein Verzerrungs- und infolgedessen auch ein Spannungsfeld, das jede Versetzung umgibt. Über dieses Spannungsfeld können Versetzungen in Wechselwirkung treten. Diese Wechselwirkung wird über die Peach-Köhler-Gleichung beschrieben (Gleichung 2.2):

$$d\mathbf{K} = (\boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{b}) \times d\mathbf{s} \quad (2.2)$$

Dabei ist  $d\mathbf{K}$  die auf eine im Spannungsfeld  $\boldsymbol{\sigma}$  befindliche Versetzung mit dem Burgersvektor  $\mathbf{b}$  und dem Linienvektor  $d\mathbf{s}$  wirkende Kraft. Parallele Versetzungen können sich bspw. im Abstand  $r$  passieren, nicht parallele Versetzungen (z. B. sog.

Waldversetzungen anderer Gleitsysteme) können ebenfalls unter erhöhtem Energieaufwand geschnitten werden. Versetzungen können durch Multiplikation vermehrt werden (Frank-Read-Quelle) und so die allgemeine Versetzungsdichte und den Widerstand gegen die Bewegung nachfolgender Versetzungen erhöhen. Darüber hinaus ist es möglich, zumindest in Werkstoffen mit geringer Stapelfehlerenergie, Versetzungen über sog. Lomer-Cottrell Locks zu verankern [17, 18]. Dabei reagieren zwei Partialversetzungen unterschiedlicher Gleitsysteme zu einer sesshaften Versetzungskonfiguration. Diese Gebilde wurden erst kürzlich auch in-situ nachgewiesen [19].

Die Fließspannung  $\tau_V$ , die durch Passier- und Schneidvorgänge von Versetzungen zum Weiterverformen notwendig ist, wird in Abhängigkeit der Versetzungsdichte  $\rho_V$  folgendermaßen beschrieben [16]:

$$\tau_V = aGb\sqrt{\rho_V} \quad (2.3)$$

Dabei ist  $a$  eine geometrische Konstante in der Größenordnung 0,5, die das unterschiedlich häufige Auftreten von Stufen- und Schraubenversetzungen berücksichtigt.

### 2.2.3. Feinkornhärtung/Grenzflächenhärtung

Beinhaltet ein Werkstoff neben 0- und 1-dimensionalen Fehlstellen auch flächenhafte Defekte wie Korngrenzen, können diese die Bewegung von Versetzungen maßgeblich behindern. Denn der Burgersvektor einer in einem Korn gleitfähigen Versetzung ist hinter einer Korngrenze kein Gittervektor mehr. Im Nachbarkorn muss deshalb ein anderes Gleitsystem aktiviert werden, was durch dessen zwangsläufig niedrigeren Schmidfaktor eine höhere Aktivierungsspannung benötigt.

Somit sind Korngrenzen in der Lage, Versetzungen aufzustauen und die Verformung zu behindern. Wird die Korngröße eines ansonsten gleichen Werkstoffes z. B. durch thermomechanische Behandlungen verringert, steigt dessen Fließspannung an. Denn auf diese Weise können weniger Versetzungen hintereinander aufgestaut werden, und erreichen somit in der Summe immer seltener die erforderliche Spannungsüberhöhung, die die Verformung ins Nachbarkorn trägt. Um eine Verformung aufrecht zu erhalten, muss also die äußere Last  $\sigma$  steigen. Der Werkstoff verhält sich fester:

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{D}} \quad (2.4)$$

In diesem, als Hall-Petch-Beziehung [20, 21] bezeichneten Zusammenhang, ist  $\sigma_0$  die Fließspannung des untexturierten Werkstoffes mit unendlicher Korngröße,  $k_y$  die werkstoffspezifische Hall-Petch-Konstante und  $D$  die Korngröße des Materials.

Die hierfür grundlegenden Überlegungen gelten in gleicher Form für weitere Flächendefekte wie Phasen- oder Antiphasengrenzen und Zwillingsgrenzen.

### 2.2.4. Teilchenhärtung

Sind in einem Werkstoff Fremdpartikel enthalten, können diese ebenfalls die Festigkeit des Werkstoffs erhöhen. Sie wirken als Hindernisse für Versetzungen und müssen entweder umgangen (Orowanmechanismus) oder geschnitten werden [16]. Beim Schneiden kommt es zu vielfältigen Effekten wie z. B. der veränderten kritischen Schubspannung zum Bewegen einer Versetzung durch ein Partikel, der Neubildung von Phasen- oder Antiphasengrenzen oder der unterschiedlichen Neigung zur Bildung von Partialversetzungen in der Ausscheidung und im Grundwerkstoff. All diese Phänomene wirken der Versetzungsbewegung und damit der plastischen Verformung entgegen und erhöhen so in der Summe die Festigkeit eines Werkstoffes. Es gilt: Für die angesprochenen Mechanismen gibt es eine optimale Teilchengröße für die Verfestigung bei gegebenem Volumenanteil [22].

### 2.2.5. Überlagerung von Härtungsmechanismen

Sind in einem Werkstoff mehrere Härtungsmechanismen ( $\Delta\tau_1$  und  $\Delta\tau_2$ ) gleichzeitig aktiv, so können sie sich überlagern. Im einfachsten Fall geschieht dies linear:

$$\Delta\tau = \Delta\tau_1 + \Delta\tau_2 + \dots \quad , \quad (2.5)$$

jedoch unter der Voraussetzung, dass die  $\Delta\tau_i$  von einander unabhängig wirken können. Beeinflussen sie sich gegenseitig, kann bspw. eine quadratische Überlagerung, bzw. das geometrische Mittel als Ansatz dienen:

$$\Delta\tau^2 = \Delta\tau_1^2 + \Delta\tau_2^2 + \dots \quad (2.6)$$

So schlagen es auch Kocks, Argon und Ashby vor [23]. In jedem Fall sollte die Überlagerung mehrerer Härtungsmechanismen der verallgemeinerten Bedingung:

$$\Delta\tau^q = \Delta\tau_1^q + \Delta\tau_2^q + \dots \quad (2.7)$$

genügen. In diesem von Neite et al. [24] vorgeschlagenen Zusammenhang ist  $q$  ein freier Parameter, der Werte zwischen 1 und 2 annehmen kann und die Stärke der Wechselwirkung zwischen den verschiedenen Härtungsmechanismen angibt.

### 2.2.6. Die Stadien der Verformung

Für die Einkristallplastizität werden in der Regel drei Stadien der Verformung diskutiert [16, 25, 26]. Dies geschieht an sog. Schubspannungs-Abgleitungs-Diagrammen, in denen die Schubspannung im Gleitsystem als Funktion der Abgleitung aufgetragen wird. Sie zeigen häufig drei Bereiche.

Im Bereich I eines zunächst beliebig orientierten kfz Einkristalls wird ein Gleitsystem aktiviert. Versetzungen bewegen sich frei und ungehindert durch den Kristall,

nur wenige werden an Störstellen fixiert und verlassen den Kristall nicht wieder. Die dafür nötige Schubspannung ist sehr gering und ändert sich kaum. Die Orientierung der Zugachse eines solchen Kristalls wandert durch die Abgleitung langsam in Richtung der Symmetralen.

Der Bereich II ist gekennzeichnet durch die Aktivität eines zweiten Gleitsystems, das nach Erreichen der Symmetralen aktiviert wird. Die dort bewegten Versetzungen müssen den vom ersten System erzeugten Versetzungswald schneiden und dafür sind deutlich höhere Spannungen notwendig. Die Schubspannung steigt stark und linear mit der weiteren Abgleitung an. Die Zugachse wandert in Richtung  $[\bar{1}12]$ , während die gesamte Versetzungsdichte stark ansteigt.

Im Bereich III sinkt die Verfestigung, also der Anstieg der Schubspannungs-Abgleitungs-Kurve mit zunehmender Abgleitung. Dieses Verhalten wird auf dynamische Erholungsprozesse, wie sie z. B. durch Quergleiten von Schraubenversetzungen möglich sind, zurückgeführt. Eine vorhandene Schraubenversetzung trifft bspw. auf ein Hindernis, muss zum Umgehen dessen die Gleitebene wechseln (Quergleiten) und wird dort von einer antiparallelen Versetzung ausgelöscht. Die gesamte Versetzungsdichte steigt somit weniger stark als noch in Bereich II.

Diese Stadien und die ablaufenden Prozesse sind sehr gut verstanden, jedoch gelten sie streng genommen in dieser Form nur für den ungestörten Einkristall. Technische Werkstoffe sind in der Regel aber Vielkristalle und weisen häufig alle Arten von Gitterfehlern auf. Zudem übersteigen technisch genutzte Umformverfahren häufig bereits deutlich die für Bereich III nötigen Dehnungen. Im Falle der hochgradigen plastischen Verformung, wie sie in dieser Arbeit angewandt wird, spielt sich der größte Teil der Ver- bzw. Umformung jenseits von Bereich III ab. Damit dominieren dort auch andere Vorgänge als die bisher erwähnten die Umformung.

Für höhere Verformungen finden Prinz und Argon [27] ein Modell, das den dortigen Verlauf der Schubspannung beschreiben kann. Die Plastizitätskurve wird für sehr hohe Abgleitungen um zwei neue Bereiche erweitert. Während in Bereich IV erneut eine konstante, aber geringere Verfestigungsrate als in Bereich II beobachtet wird, ist Bereich V gekennzeichnet vom Übergang in eine Sättigung der Schubspannung auf sehr hohem Niveau, womit dort die Verfestigung praktisch gegen 0 geht [28]. Das Modell (wie auch spätere) stützt sich auf die Annahme der Bildung sog. Versetzungszellen. Dabei werden generierte Versetzungen im Wesentlichen in Zellwänden gespeichert, während die Bereiche dazwischen kaum gestört sind. Nix et al. [29] betrachten in ihrem Modell solche Zellen bspw. als wenig gestörte Bereiche, die von Schraubenversetzungen durchlaufen werden können, während sie dabei an den Zellwänden Stufenversetzungen deponieren. Die Zellwände werden dann als eine separate „harte Phase“ betrachtet und nicht mehr als Flächendefekt wie eine Korngrenze. Diese Versetzungszellen sind ebenso eine mögliche Erklärung dafür, warum bei fortschreitender (Kalt-)Verformung in vielen Werkstoffen eine starke Kornfeinung beobachtet wird.

Trotz aller Bemühungen, die der plastischen Verformung zugrunde liegenden Vorgänge über einen großen Bereich analytisch zu beschreiben, gibt es nach wie vor

kein allgemein gültiges Gesetz, was alle ablaufenden Mechanismen berücksichtigt. Deshalb wird im Falle technischer Werkstoffe mit leichter zugänglichen empirischen Modellen gearbeitet um die Verfestigung eines Werkstoffes – also dessen experimentell gefundene Fließkurve – zu beschreiben.

### 2.2.7. Die Fließkurve

Die Fließkurve eines Materials beschreibt das plastische Materialverhalten bei Verformung und ist unabhängig vom wirkenden verformenden Spannungszustand. So zeigt Ludwik [30], dass Zug-, Druck- und Torsionsversuche letztlich auf die gleiche Fließkurve reduziert werden können. Sie vereinigt die Effekte aller wirkenden Verfestigungsmechanismen, und lässt sich aus dem Zug- oder Druckversuch durch die Berücksichtigung der Querschnittsänderung ermitteln. Das *wahre* Spannungs-Dehnungs-Diagramm verkörpert daher bereits die Fließkurve. Ludwik nähert die Fließkurve im Bereich  $0 \leq \rho \leq 1$  wahre Dehnung durch die Verwendung eines Potenzgesetzes an:

$$\tau_1(\rho) = \tau_0 + k\rho^{n_L}. \quad (2.8)$$

Darin entspricht  $\tau_1(\rho)$  der wahren Fließspannung eines Werkstoffes,  $\tau_0$  verkörpert eine Mindestfließspannung, während  $k$  und  $n_L$  das Verfestigungsverhalten charakterisieren.  $\rho$  ist die wahre Dehnung des Werkstoffes. Der Verfestigungsexponent  $n_L$  erreicht in aller Regel Werte zwischen 0 und 1.

Hollomon [31] beschreibt später das Fließverhalten verschiedener Werkstoffe ohne den Summanden  $\tau_0$ . Dieser vereinfachte Zusammenhang erlaubt zwar eine bessere analytische Beschreibung von  $k$  und  $n$ , berücksichtigt aber nicht die Tatsache, dass für die plastische Verformung eines Werkstoffes zunächst eine Mindestspannung (Dehngrenze oder Fließspannung) überwunden werden muss:

$$\tau_2(\rho) = K\rho^{n_H}. \quad (2.9)$$

Später lieferten Hockett und Sherby [32] den folgenden Ausdruck zur Beschreibung der Fließkurve bei hoher plastischer Dehnung ( $0 \leq \rho \leq 4$ ) unter Zuhilfenahme der Fließspannung des unverformten Werkstoffes  $\tau_y$ :

$$\tau_3(\rho) = \tau_s - \exp(-(N\rho)^p) (\tau_s - \tau_y). \quad (2.10)$$

Darin sind  $N$  und  $p$  Materialkonstanten,  $\tau_s$  ist die Sättigungsfließspannung. Die Beschreibung beruht auf der Annahme, dass sich bei hoher plastischer Dehnung eine quasi-statische Versetzungsstruktur ausbildet, die alle Erholungs- und Verfestigungsvorgänge beinhaltet. Diese Versetzungsstruktur ist entsprechend material-, dehnraten- und temperaturabhängig und entwickelt eine (sättigende) charakteristische Subkorn- und Versetzungszellengröße, die die maßgebliche Ursache für die angenommene Sättigungsspannung darstellt. Wie im vorangegangenen Abschnitt

gezeigt, ist diese Annahme durchaus begründet und deckt sich sehr gut mit experimentellen Befunden.

Während die Ludwигgleichung für hohe plastische Dehnungen immer höhere Fließspannungen ergibt, führen Hockett und Sherby in ihrer Abwandlung der Vocegleichung [33] die Sättigungsspannung  $\tau_s$  ein. Dies erscheint sinnvoll, da die Verfestigungsrate praktisch aller Werkstoffe mit genügend hoher Dehnung sinkt und deshalb deren Fließspannungen zu konvergieren scheinen. Hockett und Sherby können zeigen, dass eine derartige Beschreibung sowohl für hohe als auch für niedrige homologe Temperaturen gilt [32].

Jüngere Arbeiten versuchen die zuvor dargestellten empirischen Gesetze wieder durch analytische Modelle abzulösen [34, 35], was für flächenzentrierte Metalle wie Kupfer und Aluminium gut gelingt. Diese Modelle stützen sich auf die Modellierung der Subkornstruktur und nutzen die experimentell nur sehr schwer zugänglichen Parameter wie die Subkorn- und Zellgröße sowie die Versetzungsdichte.

## 2.3. Weitere Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung

### 2.3.1. Nanokristallinität

Alle vorangegangenen Mechanismen beschreiben die Verfestigung der Werkstoffe über die Behinderung von Versetzungsbewegungen. Es gibt jedoch darüber hinaus weitere Möglichkeiten, um einen Werkstoff plastisch zu verformen, z. B. die Verzwillingung (die aber letztlich auf die Bewegung von Partialversetzungen zurückzuführen ist), das Abgleiten von Körnern entlang ihrer Korngrenzen oder deren Rotation. Die letztgenannten Prozesse spielen die entscheidende Rolle beim Phänomen der Superplastizität [36]. Deren Auftreten wird i. d. R. begünstigt durch eine Kombination aus niedriger Dehnrage, hoher Temperatur und geringer Korngröße.

Der letztgenannte Punkt ist vermutlich eine Hauptursache für das Auftreten ungewöhnlich hoher Duktilität von hochfesten Materialien, die aufgrund ihres nk Gefüges bereits bei Raumtemperatur zum Korngrenzengleiten neigen [37]. Diese spezielle Kombination aus sehr hoher Festigkeit aufgrund der geringen Korngröße (Hall-Petch-Effekt) und vergleichsweise hoher Duktilität ist besonders vorteilhaft für technische Anwendungen.

Gleiter gab bereits 1989 [38] einen sehr detaillierten Überblick über die neuen Möglichkeiten nanostrukturierter Werkstoffe, nicht nur im Hinblick auf deren mechanische Eigenschaften. Die Synthese solcher Werkstoffe erweist sich jedoch als schwierig. Das Abscheiden aus Lösungen oder das Verdichten von nk Pulvern bringt immer Verunreinigungen und evtl. Porosität mit sich, weshalb auf diese Weise hergestellte Werkstoffe häufig hinter ihren Möglichkeiten bleiben.

Eine zweite Möglichkeit besteht darin, solche Werkstoffe durch hochgradige plastische Verformung (severe plastic deformation, SPD) herzustellen [39]. Durch die bereits angesprochenen Versetzungsmechanismen entstehen sehr feinkörnige Werk-



stoffe frei von Verunreinigungen. Jedoch sättigt die Subkornstruktur bei den realisierbaren Umformtemperaturen häufig bereits im ultrafeinkörnigen (ultra-fine grained (ufg)) Bereich (100-1000 nm). Die erreichbaren Festigkeiten bleiben hinter denen von nk Werkstoffen zurück und auch die Duktilität ist häufig schlecht [39].

Um Lösungen für diese Probleme zu finden, wurde in den vergangenen Jahrzehnten eine große Anzahl verschiedener Verfahren zur hochgradigen plastischen Verformung entwickelt [40]. Dazu zählen die am weitesten verbreiteten Methoden wie Fließpressen durch abgewinkelte Matrizen (Equal Channel Angular Pressing) [41, 42, 43], das Hochdrucktordieren (High Pressure Torsion) [44, 45] oder das akkumulierte Walzplattieren (Accumulative Roll Bonding) [46]. Daneben gibt es zahlreiche seltener genutzte Verfahren wie das mehrachsige Schmieden (Multi Directional Forging) [47, 48] oder das Extrudieren durch einen gedrehten Kanal (Twist Extrusion) [49].

Gewöhnlich sind die damit erreichbaren Werkstückdimensionen jedoch stark limitiert. Zudem erweisen sich diese Verfahren als ungeeignet für eine Verbundwerkstoffherstellung. Einzige Ausnahme bildet hier der ARB Prozess, der bis zu einem gewissen Ausmaß der Verbundheterogenität eine Verbundwerkstoffherstellung ermöglicht [50, 51, 52].

Aufgrund der genannten Restriktionen hat diese Arbeit den Anspruch, u. a. ein SPD Verfahren zu entwickeln, dass es sowohl erlaubt SPD-Werkstoffe praktisch ohne Größenlimitierung herzustellen als auch zusätzlich die Vorteile von Verbundwerkstoffen nutzt. Es handelt sich um wiederholtes Rundkneten und Einstapeln (Accumulative Swaging and Bundling) [53, 54]

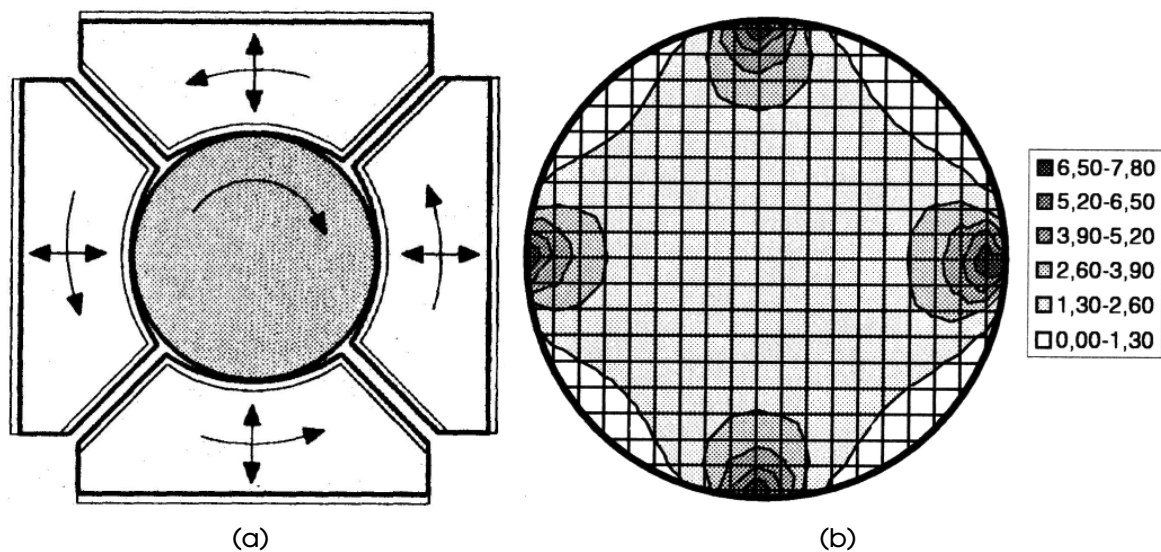
### **2.3.2. Verfestigung durch limitierte Versetzungsquellen**

Erst in den letzten Jahren konnte durch in-situ Transmissionselektronenmikroskopie gezeigt werden, dass nicht nur das Einschränken von Versetzungsbewegung einen Werkstoff verfestigt, sondern auch deren gänzlich Fehlen [55, 56]. Dieser Mechanismus basiert darauf, dass bei sehr kleinem Kornvolumen das bloße Vorhandensein von Versetzungen unwahrscheinlich wird oder diese durch thermische oder mechanische Einflüsse eliminiert werden können [57, 55].

Anschließend kann der Werkstoff nur noch über die stufenweise Aktivierung verschiedener Versetzungsquellen verformt werden, was eine deutliche Steigerung der für die Verformung notwendigen Spannung, also eine Verfestigung, nach sich zieht. Dies geschieht bereits in einem Korngrößenbereich, der mittels konventioneller SPD-Verfahren zugänglich ist: 100-200 nm [56] und kann daher für die weitere Festigkeitssteigerung dieser Werkstoffe genutzt werden.

## 2.4. Umformung durch Rundkneten

Das Rundkneten, Hämmern oder auch Rundhämmern ist ein inkrementelles Umformverfahren für Stäbe, Rohre und Drähte. Dabei wird ein radialer Druck von zwei bis acht radial oszillierenden Werkzeugen zeitgleich auf den Werkstückumfang aufgebracht. Bei axialsymmetrischen Werkstücken verhindert eine relative Drehung von Werkstück zu den Werkzeugen, dass Material zwischen die Umformwerkzeuge fließt [58]. Es sind Verfahrensvarianten wie das Einstechrundkneten, Reduzieren mit und ohne Dorn oder das Stauchkneten bekannt. Die Geometrie im Querschnitt der Umformzone ist in Abb. 2.3a gezeigt.



**Abbildung 2.3** Zum Wirkprinzip des Rundknetens nach Müller (58): a) Werkzeuge und Umformgut (grau). Pfeile zeigen Werkzeug- und Werkstückbewegung, b) Verteilung der elastischen Vergleichsspannung in der Umformzone.

Das Verfahren zeichnet sich besonders durch einen sehr homogenen Spannungszustand in der Umformzone aus (Abb. 2.3b). Dabei gilt: Je mehr Werkzeuge an der Umformung beteiligt sind, um so homogener wird der Spannungszustand [58]. Die größte Vergleichsspannung tritt für Stäbe immer in unmittelbarer Nähe zum Werkzeug auf. Das Werkstück plastifiziert dort also zuerst. Nimmt man eine Werkstoffverfestigung infolge der Umformung an, bedeutet dies im Resultat eine dünne, im Vergleich zum Kern aufgehärtete Randschicht.

Darüber hinaus ist der elastische Spannungszustand ohne Reibung mit den Werkzeugen während des Werkzeugeingriffes hauptsächlich durch hohe radiale und tangentielle Druckspannungen gekennzeichnet. In axialer Richtung können ortsabhängig geringe Zugspannungen auftreten. Insgesamt gesehen findet die Umformung dadurch im Bereich hoher Drucknormalspannungen statt, was die erfahrungsgemäß hervorragende Umformbarkeit vieler auch sonst eher spröder Werkstoffe er-

klärt. Als einzige nennenswerte Schubspannung tritt  $\tau_{r\varphi}$  auf. Sie beträgt jedoch lediglich ca. ein Viertel bis ein Drittel der maximal wirksamen Normalspannungen in Tangential- und Radialrichtung. Die restlichen beiden Schubspannungen sind vernachlässigbar gering [58].

Besonders auffällig ist die Verteilung der Vergleichsspannung nach von Mises [59] über dem Querschnitt. Für Vollmaterial wird im elastischen Fall lediglich direkt vor den Werkzeugen ein Maximum erreicht, während der restliche Querschnitt eine homogene Vergleichsspannung erfährt [58]. Damit kann das Formänderungsvermögen des Werkstoffes über den gesamten Querschnitt ausgeschöpft werden und nicht nur in oberflächennahen Bereichen. Wird das Modell auf plastisches Materialverhalten ausgedehnt, so wandert das Vergleichsspannungsmaximum in Richtung der Stabachse. Parallel dazu wurden visioplastische Untersuchungen durchgeführt, die zeigen, dass die Radialdehnung in der Nähe der Stabachse am größten ist [58].



### **3. Technologieentwicklung und verwendete Analytik**

Ein Teilziel dieser Arbeit ist es, eine Technologie zu entwickeln, die es erlaubt, einen Verbunddraht so herzustellen, dass eine möglichst große plastische Verformung in allen zum Verbund gehörenden Werkstoffen eingebracht werden kann. Dahinter steht die Annahme, dass, wenn die aufgebrachte plastische Verformung nur groß genug wird, ähnlich positive Effekte auf die mechanischen Eigenschaften auftreten, wie dies für bereits etablierte SPD Prozesse gezeigt wurde.

Dafür soll das Rundkneten als Umformprozess verwendet werden. Der Grund dafür ist a) eine möglichst gleichmäßige Durchformung des Verbundes innerhalb der Umformzone, und b) der günstige Spannungszustand (hauptsächlich Druckspannungskomponenten) beim Rundkneten. Zusätzlich ist gerade für die Verbundumformung eine gleichmäßige Umformung aller beteiligten Phasen entscheidend für die strukturelle Integrität des Verbundes, die über andere Umformverfahren (wie z.B. Ziehen, Walzen, Tiefziehen) nicht in dem Maße erreicht werden kann. Die vollständige Axialsymmetrie des Spannungszustandes in Kombination mit dem Fehlen einer größeren Zugspannungskomponente sorgt dafür, dass durch akkumuliertes Rundkneten sehr hohe plastische Dehnungen in einen Werkstoff eingebracht werden können.

Um die hergestellten Drähte zu charakterisieren, ist eine Vielzahl von Materialanalytik notwendig. Um die jeweiligen Möglichkeiten und Grenzen der verwendeten Analyseverfahren aufzuzeigen, werden die dafür genutzten physikalischen Zusammenhänge zusammengefasst und abschließend das verwendete Messsystem charakterisiert.

#### **3.1. Leichtmetallverbunddrähte aus Titan und Aluminium**

Über die im folgenden beschriebene Technologie, konnten erfolgreich hoch umgeformte Verbunddrähte aus Titan und einer Aluminiumlegierung hergestellt werden.

Ein Titanrohr gemäß Tabelle 3.1 wird mit einem Stab der Aluminiumlegierung AA5049 (ebenfalls Tabelle 3.1) ausgefüllt. Dieser Ausgangsverbund wird an beiden Enden so verjüngt, dass der Aluminiumkern sich nicht mehr axial verschieben kann. Darauf folgend wird dieser Vorverbund in Stichen von jeweils 20 % Querschnittsreduktion von 24 mm auf 2,8 mm Außendurchmesser umgeformt. Nach jedem Stich werden Anfang und Ende des Verbundes getauscht, sodass sich die durch

die Rotation der Knetwerkzeuge überlagernde Scherung in Drahtumfangsrichtung nicht kumuliert.

Der Enddurchmesser von 2,8 mm erlaubt es, 37 solcher Einzeldrähte so zu einem Hexagon zusammenzulegen, dass ein Titanrohr, wie es schon für den Ausgangsverbund verwendet wurde, mit dieser hexagonalen Drahtanordnung ausgefüllt werden kann.

**Tabelle 3.1** Zusammensetzungen, Form und Abmessungen der verwendeten Verbundwerkstoffe.

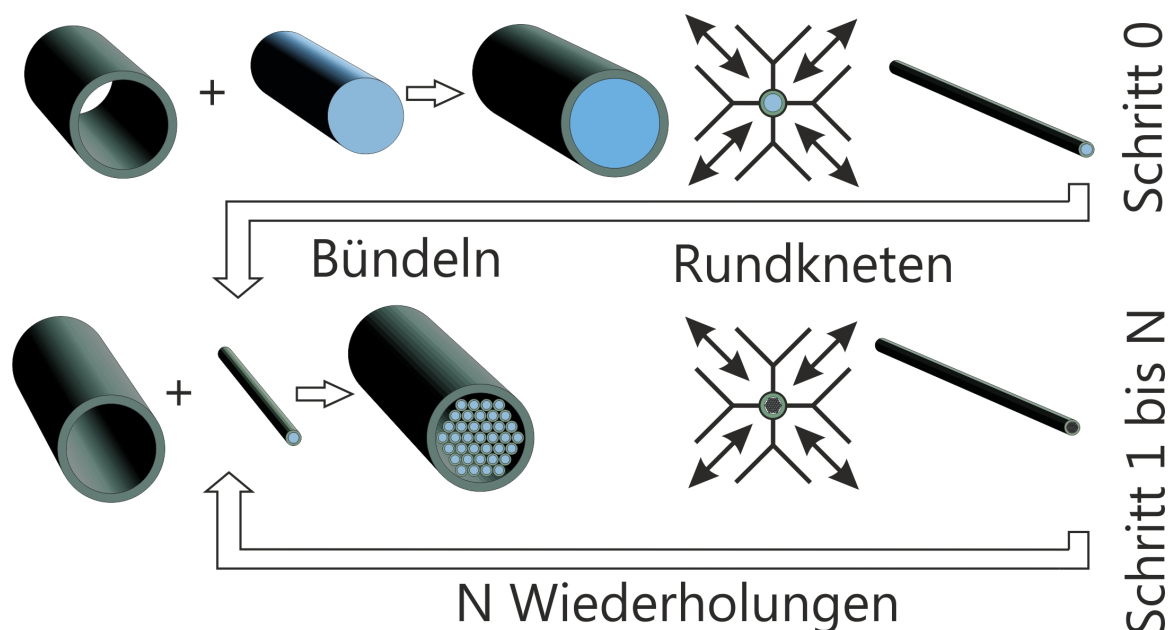
	Ti Grade 1 Rohr	Ti Grade 1 Stab	AA5049 Stab
$D_a$ / mm	24,0	19,8	19,5
$D_i$ / mm	20,0	-	-
$L$ / mm	400	300	300
Leg.-Elemente / Masse %	keine	keine	Mg 2, Mn 0,8, Fe 0,2, Si 0,1
Verunrein. / Masse ppm	Fe:283, O:688, C:174, N:122, H:142	Fe:330, O:900, C:100, N:180, H:10	keine
O <sub>2</sub> -Äquivalent nach [60]	0,105	0,133	-

Der umgeformte Draht mit 2,8 mm Durchmesser wird daher in 37, je ca. 20 cm lange Stücke geteilt. Diese werden entgratet und in Waschbenzin und Ethanol von Ölanhaftungen befreit. Anschließend werden die Drähte zusätzlich in flusssäurehaltiger Lösung gebeizt, um evtl. ins Material eingearbeitete Fremdpartikel zu entfernen und die starke Titanoxidschicht auf ein Minimum zu beschränken. Dadurch soll auch die spätere Kaltverschweißung der neuen Oberflächen begünstigt werden. Die gleiche Behandlung erfährt auch das Titanrohr, in das die Drähte eingestapelt werden sollen. Die verwendete Beizlösung ist in Tabelle 3.2 aufgeführt. Während des Beizens verfärbt sich die Beizlösung ins dunkelgrüne, beginnt zu sprudeln und erhitzt sich spürbar. Die Drähte und Rohre werden anschließend mehrfach in gereinigtem Wasser gespült, bevor sie getrocknet werden. Für die Durchführung dieser Reinigung wurde ein spezieller Apparat aus verschiedenen tieflochgebohrten Teflonstäben konstruiert. Dieser sorgt einerseits für die nötige Sicherheit der durchführenden Person und andererseits dafür, dass die Menge der verwendeten Beizlösung so gering wie möglich bleibt.

Das gründlich gereinigte Drahtbündel wird anschließend an den Enden in zwei Titanstopfen eingefasst. Diese Stopfen, gefertigt aus Ti Grade 1 Stangenmaterial (Tabelle 3.1), sind 2 cm lang und haben eine sehr geringe Toleranz zum verwendeten Rohr. Jeder der Stopfen besitzt einseitig eine 1 cm tiefe hexagonale Vertiefung, die es erlaubt, die 37 Drahtstücke darin exakt zu positionieren und sie somit im

Rohr in dieser Anordnung zu fixieren. Damit das im Verbund aufgrund der Fehlpassung zwischen Kreis und Hexagon vorhandene Luftvolumen während der ersten Umformschritte entweichen kann, sind die Stopfen zusätzlich mit einer zentralen Bohrung versehen.

Die mittels der Stopfen im Rohr positionierten Drähte bilden einen – in Zusammensetzung und Struktur – neuen Verbund mit dem gleichen Außendurchmesser wie zu Beginn. Dieser neue Verbund wird in gleicher Schrittfolge wie zuerst erneut umgeformt, bis wiederum ein Drahtdurchmesser von 2,8 mm erreicht ist. An dieser Stelle angelangt, kann der Prozess durch erneutes Bündeln und Einstapeln der neuen Drähte theoretisch beliebig oft wiederholt werden. Das Technologieschema dazu ist in Abbildung 3.1 wiedergegeben. Es zeigt über den Parameter N die Wiederholbarkeit des Prozesses an.



**Abbildung 3.1** Schema der für die Verbundumformung genutzten Technologie.

**Tabelle 3.2** Beizlösung und Behandlungsdauer für alle Oberflächensäuberungen.

Stoff	Anteil /vol%
H <sub>2</sub> O	75 %
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	23 %
HF	2 %
Ätzdauer	1 min

Die gelieferten Titan Rohre haben dabei eine Anfangshärte im Lieferzustand von 155-167 HV10. Die verwendeten Stopfen sind aufgrund von nur geringen Abweichungen in den Verunreinigungsgehalten von vergleichbarer Härte und werden daher homogen mit umgeformt. Wären diese deutlich härter als das Hüllmaterial, müsste mit einer starken Hüllrohrverjüngung um die Stopfen und damit einem frühzeitigen Versagen gerechnet werden.

Die Härte des gebeizten Hüllrohres lag mit 182 HV10 deutlich über der Härte des Anlieferzustandes. Als mögliche Ursachen kommen eine Randhärtung durch Mischkristallbildung (z. B. H-Einlagerung) sowie verstärkte Oxidation oder Titanhydridbildung an der Oberfläche in Betracht. Aufgrund der Kürze der Behandlung wird jedoch nicht von einer Veränderung der Eigenschaften des Grundwerkstoffs ausgegangen. Aus der Literatur ist bekannt, dass reine Titansorten in saurer Umgebung zur Wasserstoffaufnahme neigen [61, 62].

Für die Verbunddrahtherstellung ist der geschilderte Prozess bis  $N = 3$  durchgeführt worden. Aus Gründen der Zweckmäßigkeit ist auf weiterführende Versuche verzichtet worden. Jedoch ist es prinzipiell denkbar, den Prozess noch weiter fortzuführen.

Die Probennahme an den Drahtenden erfolgte jeweils bei den Nenndurchmessern 7,5 mm, 6,0 mm, 4,9 mm, 3,9 mm, 3,1 mm und 2,8 mm. Dabei wurde beobachtet, dass mit steigendem  $N$  die Hitzeentwicklung der Drähte nach der Umformung stärker ausfiel. Mit steigender Einstapelzahl  $N$  steigt ebenso der Titananteil im Verbund und damit auch dessen mittlere Fließspannung. Diese Tatsache in Kombination mit der im Vergleich zum Aluminium niedrigeren spezifischen Wärmekapazität von Titan (vgl. Tabelle 2.1) ist eine mögliche Erklärung für diese Beobachtung.

Die Verbunddrähte mit dem jeweils kleinsten Durchmesser am Ende eines Zyklusses werden, gemäß der Zahl  $N$  mit  $2\text{TiAl0}$  ( $N=0$ ),  $2\text{TiAl1}$  ( $N=1$ ),  $2\text{TiAl2}$  und  $2\text{TiAl3}$  bezeichnet. Die Ziffer zu Beginn ist hier ohne Bedeutung.

## 3.2. Leichtmetallverbunddrähte aus Titan (Referenzsystem)

Der Leichtmetallverbund aus Titan wird als Referenzsystem hergestellt, das lediglich die eingebrachten Grenzflächen, nicht aber zwei unterschiedliche Werkstoffe enthält. Dabei wird analog zu Abschnitt 3.1 verfahren. Der einzige Unterschied besteht darin, dass anstatt der zu Beginn verwendeten Aluminium 5049 Stange eine gleich lange Stange aus Ti Grade 1 gemäß Tabelle 3.1 verwendet wird.

Aufgrund der unterschiedlichen Verunreinigungsgehalte gemäß Tabelle 3.1 ergeben sich im unverformten Ausgangszustand minimal unterschiedliche mechanische Eigenschaften zwischen Hülle und Kern. Bei sehr geringen Gehalten haben diese einen näherungsweise linearen Anstieg der Festigkeit zur Folge und können daher nach Zwicker [60] in ein sog. Sauerstoffäquivalent umgerechnet werden, das in der Tabelle mit angegeben ist. Das Titanrohr hat dementsprechend im unverformten Ausgangszustand eine gegenüber dem Kern um ca. 10 % reduzierte Festigkeit. Auf-



grund unterschiedlicher Lieferanten konnte dieses Problem nicht vermieden werden und wird daher bei der Interpretation der Daten berücksichtigt.

Umformung, Probennahme, Stopfenverwendung, Beizschritte und Hüllrohrverwendung entsprechen exakt denselben Bedingungen, wie für das Ti-Al Verbundmaterial. Damit entsteht ein Verbund mit der Dichte von Titan, allerdings mit der entsprechenden Mesostruktur durch die verwendete Technologie. Es ist damit möglich, Einflüsse auf die makroskopischen Eigenschaften der Drähte genauer zu charakterisieren. Die Umformung wird ebenfalls bis  $N = 3$  durchgeführt. Das entspricht, wie auch bei den Ti-Al Verbunddrähten, einem rechnerischen Umformgrad des Ausgangsverbundes von  $\rho = 16,6$ .

### 3.3. Fließkurvenerstellung

Die Fließkurven der Einzelmaterialien Titan Grade 1 und der Al Legierung 5049 wurden wie folgt erstellt.

#### 3.3.1. Titan Grade 1

Das Titan Grade 1 Stangenmaterial der Firma WHS Sondermetalle mit dem Durchmesser 19,8 mm enthielt laut Analysezertifikat die in Tabelle 3.1 aufgeführten Verunreinigungen. Es verfügt laut Hersteller über eine Dehngrenze von 245 MPa, und einer Zugfestigkeit von 370 MPa bei einer Bruchdehnung von 39 %. Das Material ist vollständig rekristallisiert.

Neben dem Ausgangszustand werden Draht- bzw. Stangenzugproben mit unterschiedlich hohem Kaltumformgrad hergestellt. Die Umformung geschieht durch Rundkneten bei Raumtemperatur. Damit werden Proben bis zu einer wahren Dehnung von 5 bereitgestellt, deren wahre Fließspannungen die Fließkurve im Bereich  $0 \leq \rho \leq 5$  ergeben.

Zu jedem Umformgrad werden mindestens zwei Zugproben der Länge 125 mm hergestellt. Damit ergeben sich nach DIN EN ISO 6892-1 unbearbeitete, nichtproportionale Zugproben. Für die kleinsten Durchmesser  $< 4$  mm entspricht die Messlänge damit nicht den Anforderungen in Anhang C der DIN (min. 50 mm, wenn keine Bruchdehnung bestimmt wird). Dies ist dem Kompromiss aus Probenanzahl, Materialverlust durch Probennahme und maximal zu erreichendem Umformgrad geschuldet.

#### 3.3.2. Al-Legierung AA 5049

Die Aluminiumlegierung mit der Zusammensetzung nach Tabelle 3.1 wurde am IFW Dresden erschmolzen und in einer Kupferkokille mit 30 mm Durchmesser abgegossen. Das Material wurde anschließend bis auf 25,5 mm Durchmesser kaltumgeformt, auf 23,1 mm Durchmesser abgedreht um Oberflächenschäden zu beseitigen

und anschließend bei 450 °C für 1,5 h rekristallisiert. Die nachfolgende Zugprobenherstellung erfolgte in gleicher Weise wie zuvor für Titan beschrieben bis zu einer wahren Dehnung von 5. Auch hier wurden alle Proben als Stangen- bzw. Drahtproben geprüft um die wahre Fließspannung zu ermitteln.

### 3.4. Ermittlung experimenteller Kenngrößen

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über die verwendeten Messsysteme und deren physikalische Grundlagen. Die für die jeweiligen Messungen wichtigsten Parameter sind ebenfalls angegeben.

#### 3.4.1. Mechanische Prüfung

##### Zugversuch

Der Zugversuch ist der wichtigste Versuch zur Bestimmung mechanischer Kenngrößen von Werkstoffen. In einer geeignet ausgelegten Probe wird ein einachsiger Zugspannungszustand eingestellt, während die Probe entweder kraft-, weg- oder dehnungskontrolliert belastet wird. Durch den Zugversuch lassen sich Fließspannung, Zugfestigkeit, Fließ-, Gleichmaß- oder Bruchdehnung, das Verfestigungsverhalten oder auch elastische Kenngrößen wie der E-Modul bestimmen. Der Zugversuch ist deshalb von so großer Bedeutung, da mit der Bestimmung einer Fließspannung oder Dehngrenze bei einachsiger Zugspannung über ein Fließkriterium wie das „Von Mises Kriterium“ auf das Materialverhalten unter beliebiger Beanspruchung geschlossen werden kann. Dieses Kriterium konnte vor kurzem auch im mehrachsigen Spannungszustand bestätigt werden [63] und wird deshalb in dieser Arbeit als gültig angesehen. Von Mises definiert eine Vergleichsspannung, die aus dem mehrachsigen Spannungszustand resultiert, und postuliert, dass plastisches Fließen des Werkstoffes bei Überschreiten eines kritischen Wertes dieser Vergleichsspannung  $\sigma_{VM}$  beginnt. Wenn der Werkstoff als isotrop angesehen werden kann, so gilt nach von Mises [59]:

$$\sigma_{VM}^2 = F = \frac{1}{2} \left[ (\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + 6(\tau_{xy}^2 + \tau_{xz}^2 + \tau_{yz}^2) \right] \quad (3.1)$$

Dabei sind  $\sigma_{ii}$  die Spannungs- und  $\tau_{ij}$  die Scherkomponenten des anliegenden Spannungstensors. Zugversuche wurden an einer hydraulischen Zugprüfmaschine durchgeführt. Die Maschine vom Typ Instron 8502 wird derart betrieben, dass die Dehngeschwindigkeit während der Versuche stets  $3,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  beträgt. Die Versuchstemperatur ist, soweit nicht anders angegeben, Raumtemperatur. Bei der in aller Regel durchgeführten Drahtprüfung wurden Drahtproben zu je mindestens 125 mm Länge zugeschnitten und im Herstellungszustand geprüft. Durch den filamentären Drahtquerschnitt mit einer umschließenden Hülle können die Proben

nicht als Proportionalitätsstäbe nach DIN EN ISO 6892-1 ausgeführt werden. Die für eine Verjüngung der Proben in der Messlänge notwendige Wegnahme von Material im äußeren Drahtbereich würde die eigentlichen Drahteigenschaften verfälschen. Daher werden ausschließlich Drahtprüfungen unbearbeiteter Proben durchgeführt. Dies bedeutet jedoch, dass Kenngrößen des Zugversuchs, die nach dem Erreichen der Gleichmaßdehnung bestimmt werden (z. B. Bruchdehnung, Spannung beim Bruch, Verlauf der wahren Spannung über die Gleichmaßdehnung hinaus), nicht zuverlässig ermittelt werden können. Diese werden im Folgenden aus diesem Grunde nicht behandelt. Diese Einschränkung ist notwendig, da die Einschnürung der Proben häufig nicht innerhalb der Messlänge erfolgt, sondern am Übergang zu den Einspannungen oder nur zum Teil innerhalb der Messlänge.

### **Mikrohärteprüfung**

Verschiedene Aussagen können mit Hilfe einer einfachen Mikrohärteprüfung getätigt werden. Mikrohärtemessungen werden im Rahmen dieser Arbeit mit einem Vickersprüfkörper durchgeführt. Die Prüfkraft von 245 mN wird dabei für einen Härteeindruck über 10 s lang gehalten. Solange es die Strukturbreiten erlauben, wird ein Mindestabstand der dreifachen Diagonallänge eines Härteeindrucks zum nächsten eingehalten. Sollte das nicht mehr der Fall sein, wird in der Auswertung explizit darauf hingewiesen. Bei der für die Messungen genutzten Maschine handelt es sich um eine HMV-2 der Fa. Shimadzu.

### **Tiefengeregelte Nanohärteprüfung**

Nanohärteeindrücke wurden mithilfe des Nanoindenters G200 (Agilent Technologies, Chandler, AZ) gesetzt. Dieser verfügt über einen dreiseitigen Diamant-Berkovich Prüfkörper. Die Prüfkörperform wird durch die Oliver-Pharr Methode [64, 65] kalibriert. Während des Setzens eines Eindrucks, wird dem Prüfkörper zusätzlich eine kleine oszillierende Kraft überlagert (continuous stiffness method CSM). Die Oszillation erlaubt die eindrucktiefenabhängige Bestimmung des E-Moduls, sowie der Härte mit hoher Genauigkeit.

Die Eindrücke erfolgen dehnratenkontrolliert bei einer konstanten Dehnrate von  $0,05 \text{ s}^{-1}$ . Definierte Eindruckfelder (z. B.  $3 \times 30$  Eindrücke) werden direkt über interessierende Bereiche, z. B. Phasengrenzen gelegt. Dabei wurde ein Mindestabstand des 20fachen der maximalen Eindrucktiefe zwischen den Eindrücken gewählt, um einen Einfluss der resultierenden plastischen Zone, die jeden Eindruck umgibt, zu vermeiden [66]. Einem Härteeindruck wird anschließend ein mittlerer Härtewert zugeordnet, indem über alle Messwerte innerhalb bestimmter Eindrucktiefen (80-90 nm oder 400-450 nm) gemittelt wird. Über diese Mittelung ergibt sich auch die Standardabweichung eines Einzelhärtewertes.

Anschließend werden die Eindrücke im REM vermessen und so sortiert, dass fehlerbehaftete Eindrücke oder solche, die zu dicht an Grenzflächen gesetzt wurden, die Auswertung nicht beeinträchtigen.

Abbildung 3.2 zeigt an einigen Beispielenindrücken tiefenabhängig Härte und E-Modul, sowie den jeweils zugehörigen Eindruck. Eindruck a) und d) zeigen das typische Bild eines Eindrucks in Al bzw. in Ti. Die Härte sinkt mit zunehmender Eindringtiefe, was üblicherweise als Eindringtiefeneffekt (indentation size effect (ISE)) bezeichnet wird. Der Effekt scheint nach Nix und Gao [67] auf die Dichte von geometrisch notwendigen Versetzungen zurückzuführen zu sein. Für bereits stark umgeformte Werkstoffe, wie sie in dieser Arbeit behandelt werden, ist der Effekt weniger stark ausgeprägt, da die Versetzungsdichte im Werkstoff bereits sehr hohe Werte erreicht.

Der gemessene E-Modul der Al-Legierung wird im gesamten Tiefenbereich zu etwas über 80 GPa bestimmt. Damit liegt er über dem zu erwartenden Wert von ca. 70 GPa. Diese Beobachtung ist ebenfalls für alle anderen Aluminiumeindrücke gültig. Die Ursache für die scheinbare Überhöhung ist hier durch den Materialaufwurf (pile-up) um den Eindruck zu finden. Einige Materialien neigen stärker als andere zur Bildung solcher „Kraterränder“ um den eigentlichen Eindruck. Die damit einhergehende höhere Kontaktfläche zum Material findet in der internen Flächenberechnung keine Berücksichtigung. Damit wird der E-Modul als Folge des Aufwurfs überschätzt. In Abb. 3.2 a) und b) sind diese Aufwürfe sehr gut zu erkennen. In der Teilabbildung d) (Eindruck in Titan) kann man einen vergleichbar starken Effekt nicht erkennen. Deshalb wird der E-Modul des Titans zu 115-120 GPa bestimmt und entspricht damit den Literaturdaten [60].

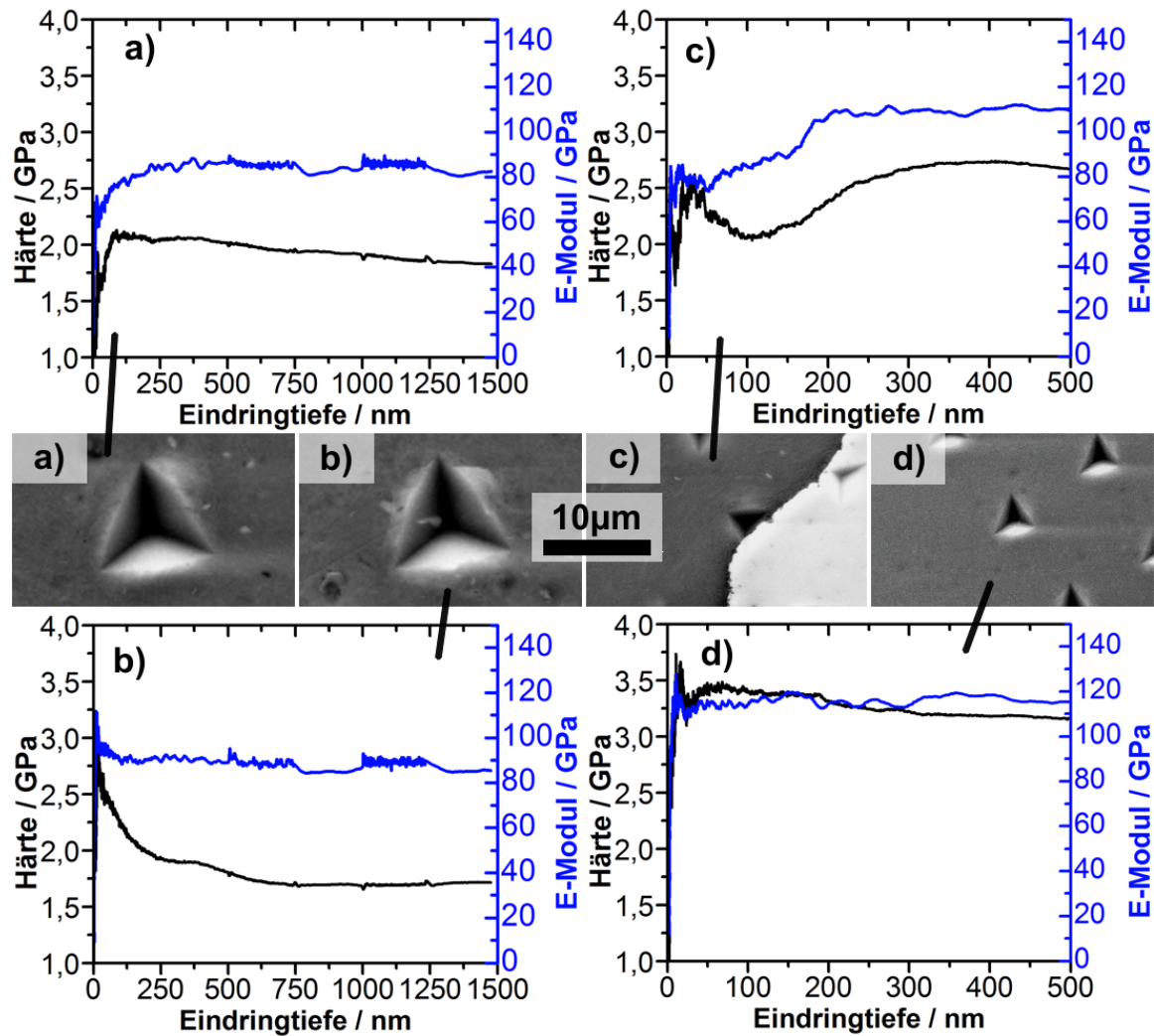
In der Teilabbildung b) wird eine Ausscheidung der Al-Legierung vom Prüfkörper getroffen. Im zugehörigen Diagramm lässt sich deshalb zwischen 200 und 500 nm Eindringtiefe eine Härteüberhöhung ausmachen. Der E-Modul scheint von der Ausscheidung nicht beeinflusst zu werden.

Der Eindruck c) aus Abb. 3.2 trifft ab einer gewissen Tiefe mit einer Flanke auf die Titangrenzfläche. Damit erhöht sich ab ca. 120 nm Eindringtiefe nicht nur die Härte sondern auch der gemessene E-Modul drastisch. Diese Messung ist für die Auswertung daher ungeeignet.

In allen gezeigten Messkurven, unabhängig von Material oder Eindruck, zeigt sich die Tendenz, dass der Härtemesswert mit zunehmender Tiefe weniger schwankt. Eine Auswertung sollte daher in genügend großer Tiefe durchgeführt werden.

Aus den genannten Beobachtungen ergeben sich folgende Konsequenzen: (1) Um verschiedene Eindrücke miteinander zu vergleichen, muss die Auswertung immer in der gleichen Tiefe durchgeführt werden, (2) Eindrücke, die zu nah an Grenzflächen oder direkt durch Fremdkörper beeinträchtigt sind, müssen verworfen werden und (3) die Auswertung sollte in möglichst großer Tiefe durchgeführt werden.

Da sich im Verbund  $2\text{TiAl}_3$  die feinsten Strukturen finden, wird dort die für die Auswertung relevante Eindringtiefe auf 80-90 nm festgelegt. Bei dieser Tiefe misst ein Eindruck lateral ca. 0,5-0,6  $\mu\text{m}$  und kann damit auch die feinen Strukturen



**Abbildung 3.2** Verschiedene Beispiele für Härteeindrücke a) normaler Eindruck in Al, b) Eindruck, der eine Ausscheidung trifft, c) Eindruck der zunächst in Al gesetzt wird, dann mit einer Flanke eine Ti-Grenzfläche trifft, d) normaler Eindruck in Ti.

noch verlässlich abbilden, ohne zu stark durch Grenzflächen beeinflusst zu werden. Es muss damit aber in Kauf genommen werden, dass eine größere Streuung der Messwerte (besonders im Al) zu erwarten ist.

### 3.4.2. Rasterelektronenmikroskopie

Bei dem genutzten Rasterelektronenmikroskop handelt es sich um ein Zeiss Gemini 3500 LEO mit Feldemissionskathode. Bei einem Arbeitsabstand um 7 mm erreicht der direkt unterhalb des Polschuhs angeordnete 4-teilige Rückstreuielektronendetektor optimale Bedingungen für einen Orientierungskontrast bei einphasigem und ebenem Bildausschnitt. In der Regel wird mit 20 kV Beschleunigungsspannung gearbeitet. Auf diese Weise kann das Gefüge der verwendeten Werkstoffe gut dargestellt werden. Die verwendete Aperturblende besitzt eine Öffnung von 60 oder 120  $\mu\text{m}$  Durchmesser.

#### EDX

Auf einen Festkörper einfallende Elektronen treten mit diesem in Wechselwirkung, wozu auch die Anregung von gebundenen Elektronen auf höhere Energieniveaus zählt. Ein auf diese Weise angeregtes Elektron ist dann bestrebt in seinen niederen-energetischen Grundzustand zurückzukehren. Wenn es das tut, emittiert es ein Röntgenquant mit der Energiedifferenz der beiden Energieniveaus des Elektrons im angeregten und im Grundzustand. Diese so entstehenden Röntgenquanten können den Festkörper wieder verlassen und von einem Messsystem erfasst werden. Anhand der charakteristischen Energieniveaus eines jeden Elements und der damit einhergehenden möglichen Röntgenenergien kann man die chemische Zusammensetzung eines Festkörpers bestimmen. Da Röntgenquanten im gesamten Elektronenstreuungsvolumen angeregt werden können, ist die laterale Auflösung des Verfahrens abhängig von der verwendeten Beschleunigungsspannung und materialspezifisch auf ca. 1-5  $\mu\text{m}$  begrenzt. Aufgrund der Vielzahl von notwendigen Datenkorrekturen und Parametervorgaben ist der relative Fehler der chem. Zusammensetzung ebenfalls recht groß und kann mit ca. 3-5 at% angegeben werden [68]. Der verwendete EDX Siliziumdetektor XFlash ist in das Zeiss REM integriert. Gemessen wird standardfrei bei einem Arbeitsabstand von 15,0 mm, 20 kV Beschleunigungsspannung und 60  $\mu\text{m}$  Aperturblende. Für die Quantifizierung der Messdaten führt die Software Quantax Esprit 1.85, ebenfalls Fa. Bruker, eine ZAF-Korrektur<sup>1</sup> mit manueller Hintergrundsignalbestimmung durch. Auf diese Weise wird die chemische Zusammensetzung des angeregten Probenvolumens [69] bestimmt.

<sup>1</sup>Z: Korrekturfaktor, der die unterschiedlichen Rückstreuoeffizienten aufgrund der Atomzahl Z berücksichtigt, A: Korrekturfaktor, der die Röntgenabsorption innerhalb der Probe berücksichtigt und F korrigiert die Röntgenfluoreszenz der Elemente untereinander

### 3.4.3. Röntgenographische Untersuchungen

#### Phasenanalytik

Auf einen Werkstoff treffende Röntgenstrahlung kann an dessen Netzebenen gemäß der Bragg'schen Gleichung (Gl. 3.2) gebeugt werden.

$$2d_{hkl}\sin\Theta = n\lambda \quad (3.2)$$

Damit ist es möglich, einzelne Phasen anhand ihrer charakteristischen Netzebenenabstände in einer Probe zu detektieren. Das Verfahren eignet sich zur qualitativen Phasenanalyse und unterstützt auf der makroskopischen Ebene die mikroskopischen EDX Messungen. Eine exakte Bestimmung von Phasenanteilen ist jedoch aufgrund der starken Umformtexturen, Reflexüberlappungen und der schlechten Beugungsreflexschärfe aufgrund der Vielzahl an eingebrachten Gitterfehlern in dieser Arbeit nicht möglich [70, 71].

Das zur Phasenanalyse verwendete Pulverdiffraktometer der Fa. Bruker ist vom Typ Philips X'Pert MPD und arbeitet mit eisengefilterter Kobalt  $K\alpha$  Strahlung. Der Messaufbau ist in Bragg-Brentano Geometrie gestaltet und ermöglicht  $\Theta$ - $2\Theta$  Messungen. Der verwendete Winkelbereich umfasst  $2\Theta$  Werte von  $38^\circ$  bis  $145^\circ$  in  $0,02^\circ$  Schritten. Die Probe dreht sich dabei pro Winkelschritt mehrmals um die eigene Achse um ausreichend Messsignal zu erzeugen.

#### Texturbestimmung

Trägt man die Verteilung der Beugungsintensität einer bestimmten Netzebene über der gesamten Probenhemisphäre in einer stereographischen Projektion auf, erhält man nach geeigneter Korrektur der Intensität der gebeugten Strahlung die sogenannte Polfigur der gewünschten Netzebenenschar. Sind alle Beugungsintensitäten gleich, ist die Probe untexturiert. Ergeben sich lokale Maxima, gibt es kristallographische Vorzugsrichtungen im Material. Das für solche Texturmessungen verwendete Gerät ist ein Philips X'Pert MRD der Firma Bruker. Es verwendet eine Kupfer  $K\alpha$  Röntgenquelle und die Probe wird über eine Eulerwiege positioniert. Die Schrittweite in  $\phi$  und  $\psi$  – den beiden Drehwinkeln über der Probe – beträgt je  $5^\circ$ .

#### EBSD

Elektron Back Scatter Diffraction, oder auch Rückstreuelektronendiffraktometrie nutzt die Beugung von einfallenden Elektronen(-wellen) am Atomgitter aus. Wird die Probenoberfläche gegenüber dem einfallenden Elektronenstrahl geeignet gekippt, können an verschiedensten Netzebenen gebeugte Elektronen die Probe wieder verlassen und detektiert werden. In der Projektion auf einem geeignet angeordneten Fluoreszenzschirm ergeben sich abhängig von der Struktur des bestrahlten Volumens verschiedenartige Muster. Diese aus sog. Kikuchilinien bestehenden Muster

**Tabelle 3.3** EBSD Parameterwahl

	Titan	Aluminium
<b>Hardwareparameter</b>		
Kippwinkel / °		70
Arbeitsabstand / mm		15,0
Beschleunigungsspannung / kV		10
<b>Softwareparameter</b>		
Schrittweite / $\mu\text{m}$	0,05 - 3	0,05 - 3
binning		4×4
Belichtungszeit / ms	200	100

können über eine Kamera aufgenommen und über digitale Bildbearbeitung leicht ausgewertet werden. Dadurch kann bei bekannter Anordnung von Probe, Fluoreszenzschirm und Kamera sowie bei bekannter Kristallstruktur die Orientierung des Kristallgitters innerhalb des bestrahlten Volumens bezogen auf das Probenkoordinatensystem bestimmt werden [69, 72]. Wird eine bestimmte Fläche der Probe auf diese Weise abgerastert, kann das Gefüge innerhalb dieser Fläche exakt quantifiziert werden. Das schließt explizit die lokale Textur oder Korngrenzenmisorientierungen mit ein, aber auch verfeinerte Anwendungen, wie die Art und Häufigkeitsdarstellung von geometrisch notwendigen Versetzungen<sup>2</sup> oder Eigenspannungsanalysen über die differenzierte Auswertung der Beugungsbilder [74]. Das Auflösungsvermögen der EBSD Technik ist in erster Linie abhängig von der Größe des streuenden Volumens. Dieses wiederum wird hauptsächlich durch die Beschleunigungsspannung und die Atomzahl, aber auch von der Elektronenstrahljustage (Aperturblende, Fokuspunkt, Stigmatismus) bestimmt. So gibt Zaefferer eine physikalische Auflösung von EBSD Systemen von 20-200 nm an, bei einer Winkelgenauigkeit von  $0,003^\circ - 1^\circ$  [75].

Um einen Kompromiss aus Messzeit, Qualität der Bildinformation und Auflösungsvermögen zu finden, wurden für die in dieser Arbeit vorgestellten Messungen die in Tabelle 3.3 angegebenen Hauptparameter gewählt. Je größer die Verformung der untersuchten Probe, umso kleiner wurde die Schrittweite gewählt, um die Gefügeentwicklung im Detail zu beobachten. Das verwendete EBSD-System ist in das Leo Gemini Mikroskop integriert. Der Phosphorschirm des Detektors wird durch eine CCD-Kamera aufgenommen. Die Kamera erreicht eine Bildfrequenz von maximal 400 Bildern pro Sekunde, sowie eine Auflösung von  $640 \times 480$  Pixel<sup>3</sup>. Die dazugehörige Software zur Bildaufnahme und -analyse (Flamenco bzw. Fast Acquisition) wird

<sup>2</sup>Wie es Sandlöbes et al. anhand von 3D-EBSD-Messungen in Mg-3Y gezeigt haben [73]

<sup>3</sup>Durch das eingestellte binning nach Tab. 3.3 ergibt sich eine effektive Auflösung von  $160 \times 120$  Bildpunkten.



von der Firma Oxford Instruments bereitgestellt. Die Erstellung von EBSD-Karten, Polfiguren und die quantitative Analyse der Daten erfolgt mit Hilfe des Programms Channel 5, ebenfalls von Oxford Instruments. In der Regel wird für eine Karte zwei mal hintereinander indiziert. Das erste Mal während der Messung mit der Vorgabe, dass 4-6 Kikuchibänder für die Orientierungsbestimmung genutzt werden sollen. Gleichzeitig werden alle Kikuchipattern, die auf diese Weise nicht indiziert werden können als Bild abgespeichert. Danach folgt eine zweite Analyse dieser Pattern mit 3-5 Bändern, die für die Auswertung genutzt werden. Auf diese Weise erhöht sich die Indizierungsrate von 70-80 % auf >90 % im Aluminium, bzw. von 60-70 % auf 80-90 % im Titan mit einer jeweils noch vertretbaren Fehlindizierungsrate.

Die anschließende Datenaufbereitung erfolgt, indem zunächst einzelne Bildpunkte mit großer Misorientierung zu allen benachbarten Pixeln durch den Mittelwert der Orientierung der umliegenden Bildpunkte ersetzt werden (Entfernung sog. wild spikes). Zusätzlich werden alle nicht indizierten Bildpunkte durch die mittl. Orientierung der umliegenden ersetzt, wenn mind. 6 Bildpunkte einen nichtindizierten umgeben.

Für die Auswertung der Korngröße werden alle Körner, die dem gewählten Misorientierungskriterium entsprechen, aus der EBSD Software exportiert und mit Hilfe der Software Mathematica 8 aufbereitet. Dabei werden die Kornlisten in der Art bereinigt, dass alle Körner entfernt werden, die aus maximal fünf Bildpunkten bestehen. Damit wird die Korngrößenverteilungsfunktion zu größeren Werten verschoben, allerdings wird auch das Risiko minimiert Fehlindizierungen aufgrund der starken Verformung des Gefüges über zu interpretieren. Denn für die Auswertung werden nur noch Körner herangezogen, die groß genug sind um mit hoher Sicherheit keine Fehlindizierung zu liefern.

#### **3.4.4. Dichtemessung**

Dichtemessungen verschiedener Proben wurden nach dem archimedischen Prinzip durchgeführt. Die Wägungen erfolgten an Luft und in Iodbutan ( $C_4H_9I$ ). Die verwendete Waage erzielt eine Genauigkeit von 0,1 mg bei 25°C und erreicht damit den Promillebereich der gemessenen Massen. Die Luftdichte wird mit  $1,17 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$  in die Rechnung einbezogen, während die Dichte der Flüssigkeit  $1,61 \text{ g/cm}^3$  betrug.

#### **3.4.5. Lichtmikroskopische Untersuchungen**

Lichtmikroskopie wurde an verschiedenen gestürzten Auflichtmikroskopen und einem Digitalauflichtmikroskop VHX 2000 der Fa. Keyence durchgeführt. Digitale Bildauswertung zur Flächenanalyse oder für Längenmessungen wurden mit Hilfe der Software A4i Doku, „Image access“ der Fa. Imagic oder der Keyence-eigenen Bildanalysesoftware durchgeführt.

### 3.4.6. Rechengrößen

#### Umformgrad

Der Begriff Umformgrad wird in dieser Arbeit immer synonym mit der wahren Dehnung benutzt. Dabei bezieht sich die Angabe für die Verbunde auf den natürlichen Logarithmus der Fläche der Ausgangskomponenten, bezogen auf die Fläche im jeweiligen Endzustand. Da es bei der exakten Flächenbestimmung durch die spezielle Verbundherstellung Missverständnisse geben kann, soll eine Beispielberechnung des nominellen Umformgrades des Ausgangsverbundes im Verbund 2TiAl1 die Rechnung verdeutlichen:

Der Ausgangsverbund, bestehend aus einem Ti-Rohr mit 24,0 mm Außendurchmesser und 20,0 mm Innendurchmesser wird mit einer Al Stange des Durchmessers 19,5 mm gefüllt und im Verbund auf zunächst 2,8 mm Enddurchmesser umgeformt. Die umgeformte Ausgangsfläche im Querschnitt  $A_0$  ist somit die Summe der Teilflächen, während im Endzustand der Draht vollkommen dicht mit der Querschnittsfläche  $A_E$  vorliegt. Damit ergibt sich sofort der nominelle Umformgrad des Verbundes 2TiAl0  $\rho_{2TiAl0}$  zu

$$\rho_{2TiAl0} = \ln\left(\frac{A_0}{A_E}\right) = \ln\left(\frac{\frac{\pi}{4}(24^2 - 20^2 + 19,5^2)}{\frac{\pi}{4}2,8^2}\right) = 4,26. \quad (3.3)$$

Anschließend wird dieser Draht in 37 Teilstücke geteilt und diese wiederum in ein Titanrohr der Ursprungsgeometrie eingestapelt und auf ebenfalls 2,8 mm Durchmesser umgeformt. Die anfänglich vorhandenen Hohlräume zwischen den Einzeldrähten reduzieren den neuen Ausgangsquerschnitt  $A_1$ . Damit beträgt der Umformgrad der 2TiAl0 Filamente in 2TiAl1 also nicht genau das Doppelte von  $\rho_{2TiAl0}$ , sondern ergibt sich zu:

$$\rho_{2TiAl1} = \rho_{2TiAl0} + \ln\left(\frac{A_1}{A_E}\right) = \rho_{2TiAl0} + \ln\left(\frac{\frac{\pi}{4}(24^2 - 20^2 + 37 \cdot 2,8^2)}{\frac{\pi}{4}2,8^2}\right) = 8,35. \quad (3.4)$$

Die nominalen Umformgrade für 2TiAl2 und 2TiAl3 ergeben sich analog zu  $\rho_{2TiAl2} = 12,43$  und  $\rho_{2TiAl3} = 16,52$ . Die angegebenen Werte beziehen sich ausschließlich auf die Teile der Verbunde, die dem Ausgangsverbund aus Ti Rohr und Al Kern entsprechen. Die neu eingebrachten und zunächst unverformten Titanhüllen erreichen selbstverständlich nicht die angegebenen Werte. Damit ist ersichtlich, dass außer bei 2TiAl0 alle Verbunde unterschiedlich stark vorverformte Bereiche enthalten und diesen somit kein *einheitlicher* Umformgrad zugeordnet werden kann. Einige grafische Darstellungen in dieser Arbeit machen dies jedoch unumgänglich. Deshalb ist darauf zu achten, dass sich eine solche diskrete Zuordnung der Übersichtlichkeit halber immer nur auf den Umformgrad des *Ausgangsverbundes* bezieht, also den Maximalwert angibt, den manche Bereiche im Inneren erreichen.

### 3.5. Probenpräparation

Für die verschiedenen Messverfahren sind entsprechend geeignete Präparations-schritte nötig, die im Folgenden ausgeführt werden. Für lichtmikroskopische und Mikrohärteuntersuchungen ist es häufig ausreichend eine möglichst kratzerfreie Oberfläche einzustellen. Sollen hingegen EBSD-Messungen durchgeführt werden, muss gewährleistet sein, dass die Deformationsschicht rückstandsfrei entfernt wird, da das EBSD-Messsignal in nur wenigen Nanometern Tiefe generiert wird.

#### 3.5.1. Allgemeine Präparationshinweise

Standardpräparationsverfahren für Titan- und Aluminiumwerkstoffe unterscheiden sich deutlich voneinander. Die reinen Titanwerkstoffe sind im Vergleich zu Al-Legierungen hart, neigen stark zum Verschmieren der Oberfläche und sind aufgrund der  $\text{TiO}_2$  Oxidschicht resistent gegenüber den meisten Chemikalien. Sie werden deshalb auch gern in der Chemieindustrie eingesetzt. Die metallographische Präparation ist dadurch deutlich erschwert. Hinzu kommt, dass Titan ein Karbidbildner ist und demzufolge eine Politur mit Diamantsuspensionen problematisch sein kann. Bei der Politur gebildete Titankarbidpartikel können sich in die Oberfläche eingraben und die Deformationsschicht bei der Politur vergrößern, statt sie zu verringern.

Das in der Regel deutlich weichere Aluminium, und im speziellen die Legierung 5049, die für diese Arbeit die Hauptrolle spielt, ist deutlich einfacher zu präparieren. Die vorhandenen Ausscheidungen schließen jedoch die häufig für EBSD angewandte Vibrationspolitur aus. Während dieser Präparation fallen die Ausscheidungen aus der Aluminiummatrix, bleiben auf dem Poliertuch liegen und zerkratzen die Probenoberfläche stärker, als dies vor der Präparation der Fall war. Die meisten Al-Legierungen lassen sich jedoch problemlos mit stark basischen  $\text{SiO}_2$ -Poliersuspensionen final auch EBSD-fähig polieren, da sich die Al-Deformationsschicht im basischen Milieu sehr gut reduzieren lässt.

Für die Verbundpräparation kommt der Umstand hinzu, dass die Phasengrenzen der beiden Werkstoffe möglichst in einer Ebene liegen sollen, um starke Kanteneffekte im Elektronenmikroskop oder starke Unschärfe im Lichtmikroskop zu vermeiden. Da die Strukturweite des eingesetzten Titans mitunter kleiner als  $2\text{--}3\text{ }\mu\text{m}$  ist, sind starke Kantenabrundungen zu vermeiden, da sie das lokale EBSD-Hintergrundsignal verändern und eine EBSD-Messung nur in Bereichen ohne schwankendes Hintergrundsignal durchgeführt werden kann. Bei der Bestimmung von Flächenanteilen der verschiedenen Phasen im Lichtmikroskop sind Kantenabrundungen ebenfalls störend, da aufgrund der stark variierenden Fokusebene auch der gemessene Flächenanteil einer beliebigen Phase deutlich variieren kann.

Die unterschiedlichen Werkstoffeigenschaften der verwendeten Phasen lassen in jedem Fall nur einen Kompromiss zwischen allen Aspekten zu. Eine perfekte Präparation, die allen Ansprüchen genügt, ist nicht möglich.

**Tabelle 3.4** Metallographische Probenpräparation für Lichtmikroskopie und Mikrohärteuntersuchungen. Standardvorpräparation für alle Verbunde.

Schritt	Körnung	Kraft pro Probe	U/min	Lauf	Dauer
1	P240	—	300	↺↻	bis plan
2	P400	15 N	300	↺↻	30s
3	P800	10 N	300	↺↻	30s
4	P1200	10 N	300	↺↻	30s
5	P2400	10 N	300	↺↻	30-60s
6	P4000	5 N	300	↺↻	bis 90s
7	MasterMet2	5 N	150	↺↻	>15 min

Die in Tab. 3.4 dargestellte Präparationsvorschrift zeigt den bestmöglichen Kompromiss zwischen allen Anforderungen. Dazu wird in allen Schleifstufen sehr kurz und mit geringem Anpressdruck gearbeitet. Damit sollten Kantenabrundung und Deformationsschichtbildung minimiert werden. Anschließend folgt in der Regel eine längere Politur im stark basischen Milieu, die allerdings aufgrund der fehlenden Diamantpolierschritte zeitlich deutlich mehr Platz einnimmt. Damit wird der Karbidbildung des Titans Rechnung getragen, allerdings eine geringe Kantenabrundung in Kauf genommen

### 3.5.2. Für Lichtmikroskopie und Härtemessungen

Für die Lichtmikroskopie ist die saubere Kontrastierung der unterschiedlichen Gefügebestandteile die wichtigste Anforderung. Da die Korngrößen in ultrafeinkörnigen (ufg) Metallen in aller Regel in oder unterhalb der Größenordnung des Auflösungsvermögens eines reinen Lichtmikroskopes liegen, ist die Phasenkontrastierung hier ausreichend. Für Mikrohärtemessungen reicht es in aller Regel, wenn keine objektive Verformungsschicht mehr auszumachen ist (d. h. keine sichtbaren Kratzer) und die Probe möglichst in einer Ebene präpariert wurde. Für diese Anforderungen hat sich der in Tab. 3.4 dargestellte Präparationsplan für die maschinelle Probenpräparation etabliert: Für die manuelle Präparation von z. B. nicht eingebetteten Proben wird nach dem gleichen Schema verfahren. Die Rotationsgeschwindigkeit der Schleifscheibe während der Schleifschritte kann hier für die bessere Probenführung auf 200 U/min reduziert werden. Die Anpresskraft ist so gering wie möglich zu wählen. Häufig reicht das Eigengewicht des Accustops (Probenaufnahme für Planparallelität und Zielpräparation) mit der eingesetzten Probe.

### 3.5.3. Für Röntgenographische Untersuchungen

Da bei diesem Untersuchungsverfahren das Anregungsvolumen der Strahlung vergleichsweise hoch ist, erfolgt die Präparation gemäß Tab. 3.4 ohne den zeitintensiven letzten Politurschritt. Bei der Präparation von Hand muss jedoch für Texturbestimmungen aufgrund der Probensymmetrie der Drähte auf Planparallelität der Drahtstirnflächen geachtet werden.

### 3.5.4. Für EBSD-Untersuchungen

Häufig ist die in Tab. 3.4 geschilderte Präparation bereits ausreichend, um in der verwendeten Aluminiumlegierung EBSD-fähige Oberflächenqualitäten zu erzeugen. Ein zusätzlicher, sehr schonender Materialabtrag mittels Argonionenbeschuss entfernt jedoch nicht nur sämtliche MasterMet2-Rückstände nach sehr kurzer Zeit (ab ca. 5 min), sondern verbessert auch noch einmal BSE-Orientierungskontrast und EBSD-Indizierungsrate. Er ist aber nicht zwangsläufig notwendig. Dazu wird ein niederenergetischer Argonionenstrahl (4.2 kV Beschleunigungsspannung) unter einem Winkel von 3-5° auf die rotierende Probe gerichtet und 30-60 min gehalten. Für die verwendeten Untersuchungen wurde das Ionenstrahlätzsystem EM RES101 von Leica verwendet.

Unglücklicherweise lässt sich Titan mit dem Ionenstrahl nur sehr schlecht abtragen. Auch andere Gruppen berichten über Schwierigkeiten bei der EBSD-fähigen Präparation von kaltumgeformtem Reintitan [76, 77]. Ab einem Umformgrad von ca. 0,7 bis 1 sinkt die Indizierungsrate dramatisch. In dieser Arbeit konnten allerdings auch EBSD-fähige Oberflächen bis  $\rho = 8$  erstellt werden, wenn die Präparation aus Tab. 3.4 durch eine elektrolytische Politur bei 33 V in einem Struers A3 Elektrolytbad ergänzt wird. Für die Politur muss die Probe in flüssigem Stickstoff vorgekühlt werden, der Elektrolyt sollte ebenfalls ca. 0° C nicht überschreiten. Die ansonsten teilweise unkontrollierbare Reaktion würde zu starker Kantenabrundung des Titans führen sowie bei lokaler Überhitzung unerwünschte Oberflächenschichten verursachen.



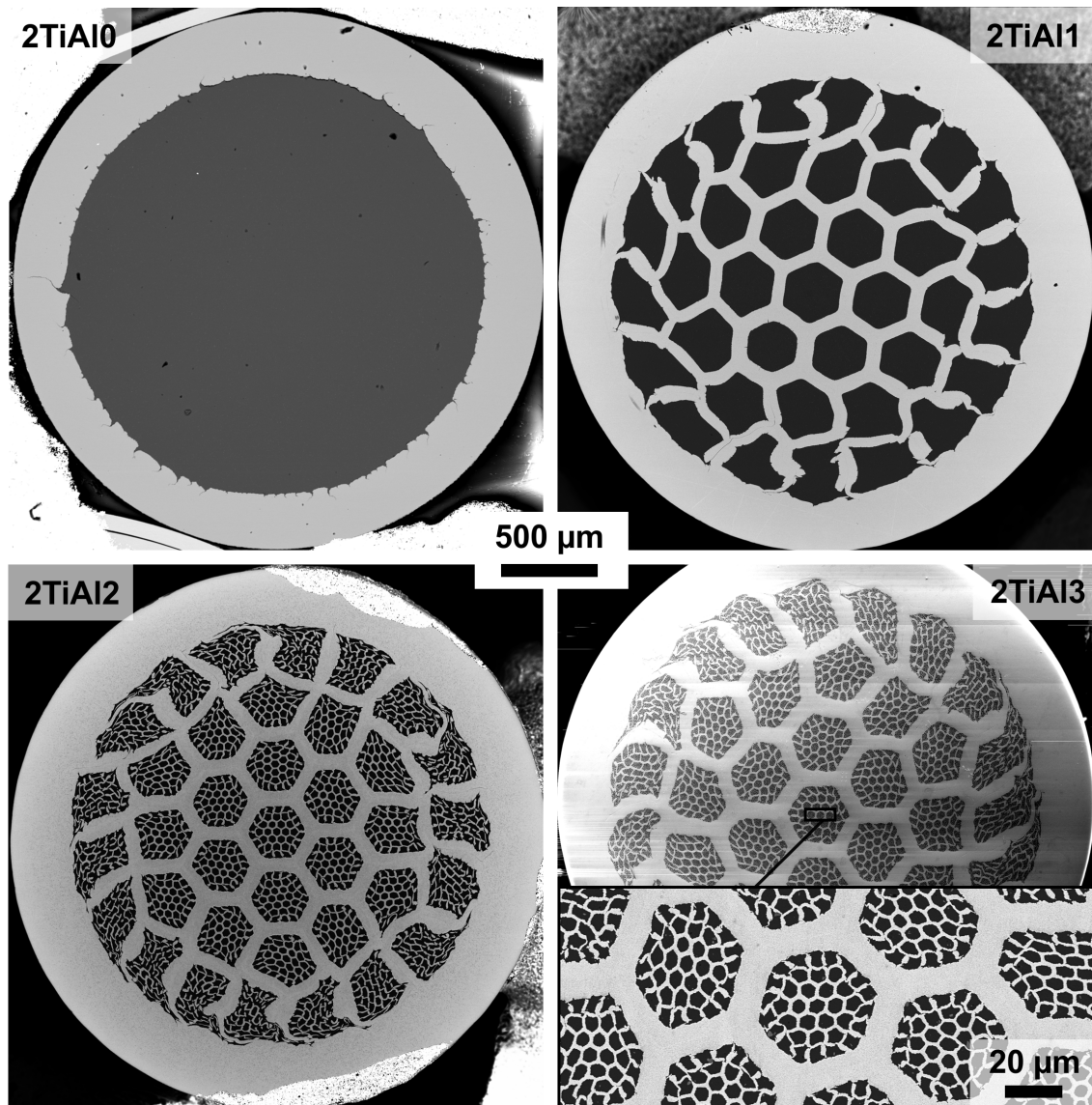
## 4. Ultrafeinkörnige Leichtmetallverbundwerkstoffe

Der Begriff *Leichtmetallverbundwerkstoffe* bezieht sich im Folgenden auf Verbunde aus Titan Grade 1 und der Aluminiumlegierung AA 5049. Aufgrund der Herstellungsrouten haben sie an den jeweiligen Drähten unterschiedliche Anteile und liegen in verschiedenen Kaltumformzuständen vor.

In Abschnitt 3.1 wurde die Herstellung der im Folgenden diskutierten Drähte technologisch dargestellt. Das wiederholte Rundkneten, Teilen und wieder neu Zusammensetzen der Drähte führt sowohl zu unterschiedlichen Zusammensetzungen der Einzelverbunde (2TiAl0, 2TiAl1, 2TiAl2 und 2TiAl3) als auch zu einem selbstähnlichen Aufbau der Bestandteile im Querschnitt der Drähte. Abbildung 4.1 zeigt die Mesostruktur der Drähte im jeweiligen Querschliffbild.

In diesen Rückstreuелеlektronenbildern ist die Titanphase hell, die Al-Legierung dunkel dargestellt. Es wird deutlich, dass die Umformung der unterschiedlichen Phasen weitgehend homogen erfolgt. Die Hülle ist bis auf geringe Schwankungen (vgl. Tab. 4.2) in allen Fällen annähernd gleich dick. Auch die inneren Titanstege in 2TiAl1 und deren Entsprechungen in 2TiAl2 und 2TiAl3 sind annähernd gleich breit, was in allen Fällen auf eine homogene Durchformung der Drähte schließen lässt. Ebenso verhält es sich für die feineren Filamente in 2TiAl2 und 2TiAl3. Die homogene Umformung wird hauptsächlich durch die Verwendung einer Rundknetmaschine in 4-Backengeometrie erreicht, da so die Umformzone rundum geschlossen ist und kaum Verwalkungen (wie sie bei 2-Backenmaschinen oft auftreten) entstehen. Darüber hinaus spielen im Vergleich zum Ziehen Reibungskräfte an der Oberfläche eine untergeordnete Rolle, wodurch ein sehr homogener, mehrachsiger Druckspannungszustand in der Umformzone erreicht wird. Dieser Spannungszustand ist einer der Hauptgründe für die sehr gleichmäßige Verbundumformung.

Da die nach jedem Schritt neu eingestapelten Drähte immer in Form eines Hexagons zusammengelegt werden, gibt es zwischen Hülle und eingestapeltem neuen Kern vor der ersten Umformung eine Fehlpassung. Um diese auszugleichen, muss das Material dort lokal stärker umgeformt werden. Dieser Ausgleich wird für die drei eingestapelten Verbunde in Abb. 4.1 deutlich. Die äußeren Filamente verformen sich so, dass ein Übergang vom Rund der Hülle auf die Wabenstruktur des Kerns gegeben ist. Sie bilden etwa vier- bis fünfeckige, leicht verzogene Strukturen, während die Filamente in Kernnähe nahezu ideal sechseckig bleiben. Dazu kommt, dass die beim Rundkneten auftretende Werkzeugrotation während des Werkzeugeingriffes eine geringe, aber spürbare Scherwirkung in Umfangsrichtung verursacht (Verdrillung). Diese kann sich von Stich zu Stich akkumulieren und eine deutliche Verdrehung der äußeren Filamente gegenüber dem Kern bewirken, wie es für ähnliche



**Abbildung 4.1** Querschliffe der Ti-Al Verbunddrähte bei jeweils 2,8 mm Drahtdurchmesser. Dunkel: Al-Legierung, hell: Titan. Homogene Umformung selbst bei stark unterschiedlichen Zusammensetzungen. Zwangsläufige Deformationen im Randbereich durch Geometrie-anpassung von 6-Eck auf Kreisform.



Verbunde bereits gezeigt wurde [53]. Tauscht man jedoch nach jedem Stich Anfang und Ende des Drahtes und dreht ihn somit um  $180^\circ$ , kann dieser Effekt minimiert werden, was für die 2TiAlX Verbunde durchgeführt wurde.

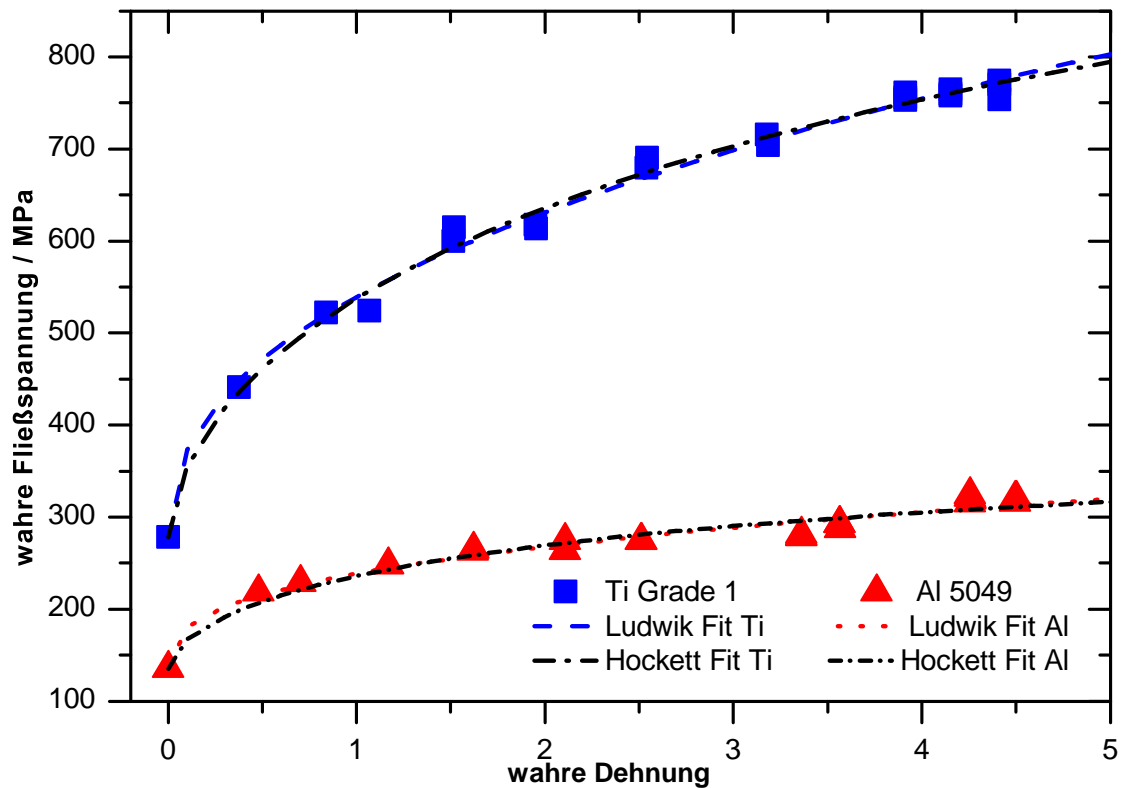
Bis auf die angesprochene geometrisch notwendige Anpassung zwischen Hülle und Kern werden keinerlei Abweichungen von der angedachten Struktur beobachtet. Materialinstabilitäten wie lokale Einschnürungen, die bei ARB von Ti-Al-Verbunden häufig beobachtet werden [78, 79, 80, 51], sind auch in Längsschliffen nicht feststellbar.

Der einfachste Verbund 2TiAl0 besitzt lediglich *eine* Grenzfläche. Entlang dieser finden sich immer wieder kleinere Risse, die in die Titanhülle reichen. Eine Schwächung des Verbundes ist deshalb zu erwarten. Eine Vermessung der Einzelphasen ergibt die Einzelumformgrade  $\rho_{Al,0} = 4,39$  und  $\rho_{Ti,0} = 4,21$ . Damit weichen beide Verbundkomponenten weniger als 3,5 % vom nominellen Umformgrad  $\rho_{2TiAl0} = 4,26$  ab (Gleichung 3.3). Selbst bei diesem stark inhomogenen Verbund verläuft die Umformung nahezu gleich für beide Komponenten. Deren wahre Dehnung kann demzufolge als nahezu identisch angesehen werden, was für die folgende Beschreibung eine wichtige Rolle spielt.

Im Verbund 2TiAl1 setzt sich dieser Trend fort. Bis auf die zusätzliche geometrische Anpassung im Randbereich kann keine deutliche Abweichung der Einzelkomponenten vom nominellen Umformgrad  $\rho_{2TiAl1} = 8,35$  (vgl. Gleichung 3.4) gefunden werden. Dieser wird zumindest im Drahtkern sowohl von der Al 5049 Phase ( $\rho_{Al,1} = 8,42$ ) als auch von der ehemaligen Titanhülle ( $\rho_{Ti,1} = 8,23$ ) nahezu exakt erreicht.

## 4.1. Fließkurven der Einzelkomponenten bis hin zu hohen Umformgraden

Die Fließkurven der Verbundkomponenten sind in Abb. 4.2 gezeigt. Beide Fließkurven wurden bis zu einer wahren Dehnung von 5 mit Messdaten hinterlegt. Aufgetragen sind jeweils die aus Zugversuchen ermittelten wahren Spannungen bei 0,2 % plastischer Dehnung. Wenn es möglich war, wurden mehrere Proben zum selben Zustand angefertigt. Für beide Werkstoffe zeigt sich über den gesamten wahren Dehnungsbereich eine deutliche Verfestigung. Eine Sättigung tritt nicht auf. Fließkurven werden häufig aus Zug- und Druckversuchen ermittelt, deren plastische Dehnung verständlicherweise nur bis ca.  $\rho < 1$  reicht. In diesem Bereich erweist sich die Ludwik- oder auch Hollomongleichung häufig als sehr gute Annäherung der Fließkurve. Aufgrund der Tatsache, dass die Dehngrenze nach Hollomon bei  $\rho \rightarrow 0$  ebenfalls gegen 0 gehen muss, beschreibt dieses Modell den Beginn der Fließkurven häufig schlecht. Deshalb ergibt sich eine im Vergleich zu den beiden nachfolgenden Modellen schlechte Korrelation (vgl.  $R^2$ -Werte in Tab. 4.1). Im



**Abbildung 4.2** Fließkurven der verwendeten Materialien Titan Grade 1 und der verwendeten Aluminiumlegierung AA 5049. Die Messdaten wurden mittels Gleichung 2.8 angenähert.

Folgenden wird deshalb auf eine ausführliche Diskussion der Hollomonnäherung verzichtet.

Die Messdaten lassen sich jeweils durch die empirische Beschreibung nach Ludwik (Gleichung 2.8) und Hockett (Gleichung 2.10) sehr gut annähern. Die ermittelten Parameter sind für beide Werkstoffe in Tabelle 4.1 zusammengefasst. Beide Parametersätze liefern ein hohes Bestimmtheitsmaß  $R^2$ , weshalb prinzipiell beide Modelle sehr gut geeignet sind, die Datensätze zu beschreiben. Zum besseren Vergleich ist ebenfalls der entsprechende Parametersatz der Hollomongleichung aufgeführt, da die Literatur sehr häufig die Hollomongleichung verwendet. Bei gleicher Datenlage liefert eine Näherung nach Hollomon jedoch kleinere Verfestigungsexponenten als eine nach Ludwik. Das muss beim Vergleich mit der Literatur berücksichtigt werden.

**Tabelle 4.1** Parameter der Ludwik-, Hockett- und Hollomongleichung für die Fließkurven von Ti Grade 1 und AA 5049 entsprechend Gleichungen 2.8, 2.9 und 2.10, sowie zugehörige Bestimmtheitsmaße  $R^2$ .

	Parameter	Ti	Al 5049
Ludwikgleichung	$\tau_0$ / MPa	275,5± 12,4	137,4±9,1
	$k$ / MPa	263,8± 13,4	101,0±9,9
	$n_L$	0,4301± 0,022	0,3665±0,040
	$R^2$	0,99	0,95
Hockettgleichung	$\sigma_s$ / MPa	1139± 282	380±28
	N	0,17± 0,15	0,33±0,11
	p	0,583± 0,083	0,58*
	$\sigma_y$ / MPa	278*	135,5*
	$R^2$	0,99	0,94
Hollomongleichung	K	540,1 ± 25,9	239,5 ± 13,0
	$n_H$	0,239± 0,040	0,173± 0,046
	$R^2$	0,75	0,45

\* Parameter fixiert (siehe Text)

#### 4.1.1. Modellierung nach Ludwik

Für gebräuchliche Al-Mg Legierungen, wie die verwendete, finden sich in der Literatur Verfestigungsexponenten gemäß Hollomon von 0,25 [81] bis 0,3 [82] für grobkristallines Material ( $d \geq 5 \mu\text{m}$ ), bzw. deutlich geringere Werte für bereits ufg oder nanokristallines Material ( $n \leq 0,15$  [83]). Lloyd und Kenny [84] zeigen für andere Al-Legierungen Verfestigungsexponenten nach Ludwik von 0,294 bis 0,343, während die selben Daten mit einer leicht modifizierten Hockettgleichung zu p-Werten zwischen 0,402 und 0,455 führen. Da das in dieser Arbeit verwendete Al-Ausgangsmaterial sehr grobkörnig ist, sind dessen Verfestigungsexponenten vergleichbar mit den Literaturwerten nach z. B. Lloyd und Kenny [84].

Der Verfestigungsexponent der Aluminiumlegierung nach Ludwik fällt in dieser Arbeit mit 0,3665 etwas geringer aus als der des Titans. Die Verfestigung durch plastische Dehnung ist also im Vergleich zum Titan reduziert. Eine mögliche Ursache ist die unterschiedliche Struktur und damit die unterschiedliche Zahl möglicher Gleitsysteme beider Metalle. In der hexagonalen Struktur des Titans liegen Stufen- wie Schraubenversetzungen trotz der hohen Stapelfehlerenergie von ca.  $155 \text{ mJ/m}^2$  aufgespalten vor [85]. Aufgespaltene Schraubenversetzungen müssen zum Quergleiten erst wieder zusammengeführt werden, daher ist deren Bewegung von vornherein erschwert, was eine Verfestigung durch Versetzungsreaktionen begünstigt. Zudem

ist auf diese Weise die Zwillingsbildung begünstigt, die ebenfalls zur Verfestigung beiträgt. In AA5049 werden hingegen keine Zwillinge beobachtet.

Die Stapelfehlerenergie des reinen Aluminiums ist mit ca.  $130\text{--}220\text{ mJ/m}^2$  [86, 16]) ebenfalls sehr hoch, jedoch spalten Stufen- und Schraubenversetzungen hier praktisch nicht auf. Damit werden entfestigende Erholungsvorgänge begünstigt und die Fähigkeit zur Zwillingsbildung reduziert. Die verwendete Al Legierung enthält als Hauptlegierungselemente 2 % Mg und 0,8 % Mn. Das Vorhandensein von Legierungselementen reduziert gewöhnlich die Stapelfehlerenergie. Ab initio Berechnungen legen zudem nahe, dass das bei Al in besonderem Maße für das Zulegieren von Mg zutrifft, für Mn jedoch ein sehr geringer Einfluss zu erwarten ist [86]. Allerdings zeigt dieselbe Arbeit, dass eine Al-2% Mg-Legierung immernoch eine sehr hohe Stapelfehlerenergie von  $144\text{ mJ/m}^2$  aufweist. Das Zulegieren von 2 % Mg und 0,8 % Mn senkt die Stapelfehlerenergie also nicht in dem Maße, wie es für eine deutliche Erhöhung der Versetzungsaufspaltungsweite in Al nötig wäre.

Eine weitere Ursache für die im Vergleich zum Titan geringere Verfestigung der Al-Legierung ist die hohe homologe Temperatur bei Raumtemperatur. Diese begünstigt die dynamische Erholung aufgrund thermisch aktivierter Versetzungsbewegung und damit ebenfalls die Materialentfestigung. Darüber hinaus zeigen Arbeiten an technisch reinem Aluminium, dass dort eine dynamische Entfestigung durch einen mehrachsigen Spannungszustand begünstigt wird [87]. Da die Probenverformung durch Rundkneten – also im mehrachsigen Spannungszustand – die Prüfung im Zugversuch jedoch einachsig erfolgt, kann ein solcher Einfluss nicht ausgeschlossen werden.

Wie in Abschnitt 4.8 gezeigt wird, bildet das Titan vermutlich aufgrund der angesprochenen versetzungsbedingten Effekte im Vergleich zum Aluminium bei deutlich geringeren Umformgraden bereits eine sehr feine Subkornstruktur. Die Korngröße des Titans sinkt damit schneller als die des Aluminiums, was eine zusätzliche Verfestigung im Sinne von Hall-Petch nach sich zieht, die im Al-Anteil geringer ausfällt.

#### 4.1.2. Modellierung nach Hockett

Wie Abb. 4.2 belegt, eignet sich auch die Hockettgleichung für beide Werkstoffe hervorragend, um die Messdaten wiederzugeben. Allerdings wurde im Falle der Al Legierung der Parameter  $p$  zu 0,58 festgesetzt. Die Methode der kleinsten Fehlerquadrate konvergierte in diesem Fall zu einem Parametersatz, der exakt die Lösung nach Ludwik reproduzierte. Vermutlich ist das der relativ geringen Datenlage geschuldet. Die Folge ist, dass die von Hockett eingeführte Sättigungsfließspannung unrealistisch hohe Werte erreicht (einige 10 GPa) und sich relative Fehler von deutlich über 100 % ergeben. Diese Lösung wurde deshalb verworfen. Stattdessen wurde mit der Lösung gearbeitet, die sich ergibt, wenn  $p$  zu 0,58 fixiert wird.

Dieses Vorgehen erscheint sinnvoll, da Hockett in seinen Arbeiten genau diesen Wert jeweils für  $\alpha$ -Uran, Armco-Eisen und Kupfer findet [32]. Er verweist in der Diskussion allerdings darauf, dass dieser Wert zufällig entstanden sein könnte.

Diese Beobachtung ist jedoch von besonderem Interesse, da aus Tab. 4.1 ersichtlich wird, dass auch das in dieser Arbeit verwendete kommerziell reine Titan ebenfalls einen  $p$ -Wert von 0,58 zeigt. Die Annahme,  $p$  für die Al Legierung bei 0,58 zu fixieren, scheint daher sinnvoll<sup>1</sup>.

In jedem Fall liefern beide diskutierten Modelle im betrachteten Dehnungsbereich hervorragende Übereinstimmung mit den Messdaten. Da die einzelnen Werkstoffe nicht bis zu den in den Verbunden erreichten Dehnungen umgeformt werden konnten, werden beide Modelle für die folgende Diskussion bis zu dem maximal im Verbund erreichten Umformgrad extrapoliert.

## 4.2. Fließverhalten der hergestellten Verbunde

Im Folgenden wird keine Fließkurve im eigentlichen Sinne behandelt. Denn die vorgestellten Messwerte repräsentieren lediglich die 0,2 % Dehngrenze der Gesamtverbunde, die aus Teilvolumina zusammengesetzt sind, die sich hinsichtlich Werkstoffzusammensetzung und erfahrenem Umformgrad z. T. deutlich unterscheiden. Deshalb beziehen sich die folgenden Messwerte auf die wahre Dehnung, die sich für den am stärksten umgeformten Teil des jeweiligen Verbundes ergibt. Das ist immer der Filamenttyp, der dem umgeformten Ausgangsverbund aus Titanrohr und Aluminiumstab entspricht. Die genauen Volumenanteile und deren zugehörige Umformgrade sind in Tab. 4.2 zusammengefasst.

In Abb. 4.3 sind zunächst sämtliche Daten aus Abb. 4.2 enthalten. Zusätzlich sind die daraus abgeleiteten Ludwik- und Hockettgleichungen bis zu einer wahren Dehnung von 17 extrapoliert. Die Extrapolation dient als Berechnungsgrundlage. Die gemessenen Dehngrenzen der Verbunde sind ebenfalls dargestellt (violette Punkte). Weiterhin sind die rechnerisch ermittelten Verbunddehngrenzen (gepunktete Linien) gezeigt, die sich bei der Annahme ergeben, dass jedes Teilvolumen eines jeden Verbundes entsprechend seines Volumenanteils (siehe Tab. 4.2), seiner tatsächlichen wahren Dehnung und seiner wahren Dehngrenze zur Verbunddehngrenze beiträgt. Dies ist sowohl auf Grundlage der Extrapolation nach Ludwik (violett gepunktet) als auch aufgrund der nach Hockett (schwarz gepunktet) durchgeführt.

Beide Berechnungen unterscheiden sich erst für sehr große Dehnungen deutlich. Während Hocketts Annahme einer Sättigungsfließspannung bei Erreichen unendlich hoher Dehnungen die Rechenwerte konvergieren lässt, wächst die hypothetische Fließspannung nach Ludwik immer weiter an. Wie Abbildung 4.3 zeigt, ergeben sich für die Verbunde 2TiAl0 und 2TiAl1 rechnerische Dehngrenzen, die deutlich

<sup>1</sup>Anmerkung: Es stellt sich die begründete Frage, ob es sich bei dieser Beobachtung noch um einen Zufall handeln kann. Die verwendeten Werkstoffe variieren sowohl in Kristallstruktur (Ti: hcp, Cu: fcc, Fe: bcc, U: orthorhombisch) als auch in ihrer Stapelfehlerenergie und homologen Temperatur deutlich. Demnach sollte auch das Verfestigungsverhalten enorm variieren. Genau das ist jedoch – zumindest für den Bereich sehr hoher Dehnungen – nicht der Fall. Es scheint daher lohnend, diesem Aspekt, der hier nicht in den Fokus der Arbeit gerückt werden konnte, in Folgearbeiten mehr Aufmerksamkeit zu schenken.

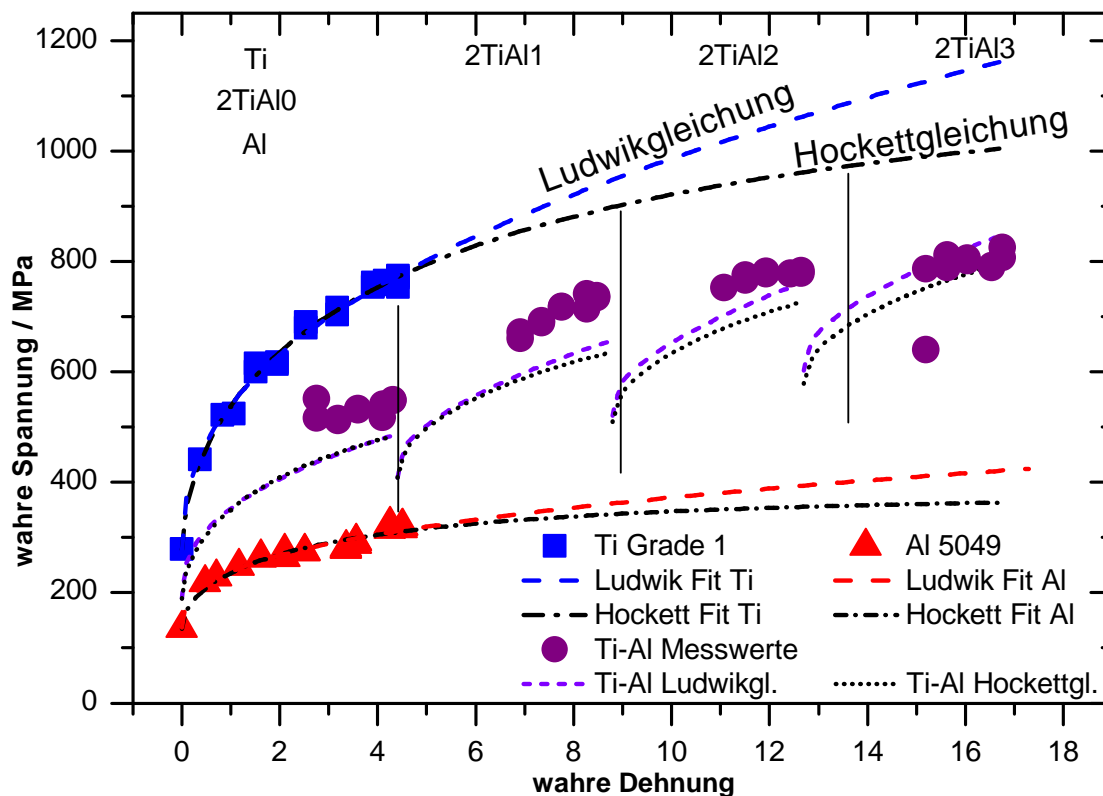
**Tabelle 4.2** Volumenanteile der unterschiedlich umgeformten Teilvolumina in 2TiAl0, 2TiAl1, 2TiAl2 und 2TiAl3. Die Al-Anteile wurden über Dichtemessungen bestimmt, die restlichen Daten ergeben sich rechnerisch und aus zusätzlichen Hüllstärkenmessungen. Unsicherheiten sind anhand einer Fehlerrechnung bestimmt.

	Ti				Al 5049			
$\rho$ bis	4,3	8,5	12,6	16,8	4,3	8,5	12,6	16,8
2TiAl0	0,381	0	0	0	0,619	0	0	0
					$\pm 0,022$			
2TiAl1	0,374	0,239	0	0	0	0,387	0	0
	$\pm 0,009$	$\pm 0,012$				$\pm 0,008$		
2TiAl2	0,373	0,239	0,159	0	0	0	0,23	0
	$\pm 0,007$	$\pm 0,012$	$\pm 0,014$				$\pm 0,003$	
2TiAl3	0,359	0,239	0,159	0,108	0	0	0	0,137
	$\pm 0,007$	$\pm 0,012$	$\pm 0,014$	$\pm 0,02$				$\pm 0,002$

unterhalb der gemessenen Werte bleiben. Das ist sogar im Bereich relativ geringer wahrer Dehnung bis 4,5 der Fall, in dem sowohl Messwerte für die Einzelkomponenten als auch für die Verbunde vorliegen. Ein Einfluss durch die Extrapolation der Messdaten ist hier also ausgeschlossen. Da für den Verbund ein Titan Grade 1 Rohr einer anderen Charge als die des Titans in Abb. 4.3 gezeigt eingesetzt werden musste, ist zunächst ein möglicher Materialeinfluss denkbar. Jedoch zeigt Tab. 3.1, dass das zugehörige Sauerstoffäquivalent nach Zwicker [60] für das eingesetzte Rohr geringer ist als das des Stabes. Somit ist zu erwarten, dass die Fließkurve des Rohrmaterials gegenüber der des für die Fließkurve benutzten Stabes leicht verringerte Dehngrenzen zeigen sollte. Die berechneten Dehngrenzen könnten danach sogar noch leicht überschätzt sein. Welche möglichen Ursachen kommen also für die deutlich gesteigerten Dehngrenzen in Betracht?

Der einzige signifikante Unterschied zwischen den Einzelmaterialien und den Verbunden ist der Aufbau, also die durch die Verbundumformung entstandenen Phasengrenzen. Solche Phasengrenzen sind häufig in der Lage, die mechanischen Eigenschaften des Verbundes zu verschlechtern, da sie z. B. Risse initiieren, spröde Verunreinigungen ins Material bringen oder allgemein einen schlechten Kraft-, Form- oder Stoffschluss bewirken können. Daher ist es umso erstaunlicher, dass in diesem Fall das Vorhandensein von Phasengrenzflächen zu einer deutlichen Verbesserung der Verbundeigenschaften führt, und das obwohl tatsächlich, wie Teilbild 2TiAl0 in Abb. 4.1 zeigt, von innen ausgehende Risse in der äußeren Titanhülle auftreten.

Die Erhöhung der Dehngrenze der Verbunde gegenüber den erwarteten Werten nimmt jedoch, wie ebenfalls der Abb. 4.3 entnommen werden kann, mit zunehmen-



**Abbildung 4.3** Erweiterung zu höheren Dehnungen von Abb. 4.2 mit Mess- und Rechendaten zu den Verbundwerkstoffen.

dem Umformgrad ab. Die Verbunde 2TiAl2 und 2TiAl3 zeigen eine geringere Differenz zu den Rechengrößen, 2TiAl3 fließt bereits bevor die hypothetische Dehngrenze nach Ludwik erreicht wird. Diese Beobachtung legt nahe, dass das bloße Vorhandensein von Phasengrenzen für die Stärkung nicht ausreicht, denn dann sollte der Effekt in dem Verbund mit den meisten Phasengrenzen (2TiAl3) am stärksten sein<sup>2</sup>.

Genau das ist jedoch nicht der Fall. Vielmehr scheinen neben der Anzahl auch die damit einhergehenden charakteristischen Längenskalen (z. B. Durchmesseräquivalent der Al Phase in 2TiAl0: 2200  $\mu\text{m}$ , 2TiAl1: 280  $\mu\text{m}$ , 2TiAl2: 35  $\mu\text{m}$ , 2TiAl3: 5  $\mu\text{m}$ ) oder der von den Phasengrenzen eingeschlossene Volumenanteil (Tab. 4.2) mitentscheidend zu sein. Beide Größen sinken deutlich von 2TiAl0 zu 2TiAl3.

Da die Differenz der Verbunddehngrenzen von 2TiAl1 und deren Rechenwerten im Vergleich zu den anderen Verbunden am größten ist, scheint der zugrunde liegende Mechanismus keine durch Grenzflächen hervorgerufene Behinderung von Verset-

<sup>2</sup>Eine einfache Abschätzung ergibt, dass die Länge pro  $\text{mm}^2$  Drahtquerschnittsfläche von Ti-Al Phasengrenzlinien von  $1,1 \text{ mm}^{-1}$  (2TiAl0) über  $5,3 \text{ mm}^{-1}$  (2TiAl1),  $24,4 \text{ mm}^{-1}$  (2TiAl2) auf  $129,2 \text{ mm}^{-1}$  (2TiAl3) ansteigt

zungsbewegungen zu sein. Dieser Verfestigungsmechanismus, wie er auch für den Hall-Petch-Effekt an Korngrenzen zu beobachten ist, wird erst bei deutlich geringen charakteristischen Grenzflächenabständen effektiv. Die Abstände zwischen Ti-Al Phasengrenzen in 2TiAl1 liegen jedoch deutlich oberhalb von 100  $\mu\text{m}$ .

Eine genauere Charakterisierung der lokalen mechanischen Eigenschaften in der Nähe der Grenzflächen liegt deshalb nahe, um die Ursache des Phänomens zu ergründen.

### 4.3. Lokale mechanische Eigenschaften im Verbund

Um die mechanischen Eigenschaften der Einzelkomponenten innerhalb der Verbunde näher zu untersuchen, wurden Nanoindentierungsmessungen in allen relevanten Bereichen aller Drähte durchgeführt. Es liegt die Vermutung nahe, dass eine mögliche Härtesteigerung in Grenzflächennähe in der Summe die Fließspannung des Verbundes erhöht. Da die Methode mit Eindruckgrößen  $\leq 1 \mu\text{m}$  arbeiten kann, ist es möglich, die lokalen mechanischen Eigenschaften (E-Modul, Härte, Dehnratenempfindlichkeit) mit hoher lateraler Auflösung zu bestimmen.

In Abb. 4.4a ist der Härteverlauf beider Phasen in Abhängigkeit ihrer lokalen Dehnungen gezeigt. Der Übersichtlichkeit halber sind die Messpunkte für innen und außen auseinander gerückt, liegen aber jeweils auf den gestrichelten Linien. Betrachtet man lediglich die Titanteile der Verbunde (blau), ist zunächst ersichtlich, dass deren Härte mit steigender Dehnung erwartungsgemäß weiter ansteigt. Darüber hinaus fällt auf, dass Titansegmente gleicher Dehnung im Drahtinneren eine höhere Härte aufweisen, als das für die gleichen Teile in der Nähe der äußeren Titanhülle der Fall ist (offene blaue Symbole), obwohl diese nahezu die gleiche Dehnung erfahren haben.

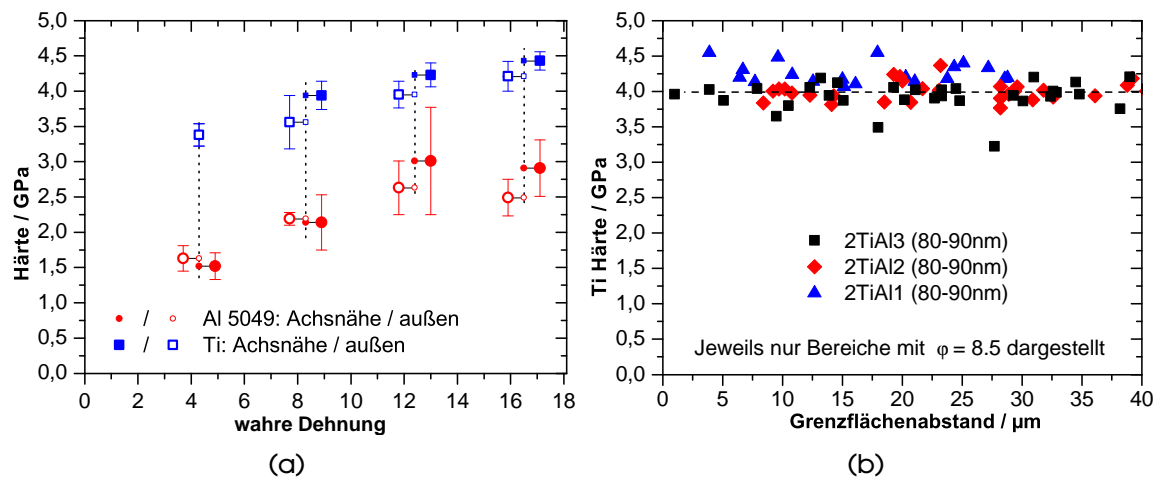
Ähnliches lässt sich für die Al Legierung feststellen. Mit zunehmender Dehnung wird auch hier ein Härteanstieg beobachtet. Ein Unterschied zwischen Rand und Kern ist für die beiden Verbunde 2TiAl0 und 2TiAl1 nicht feststellbar, für die stärker umgeformten jedoch schon. Grundlegend verhalten sich beide Werkstoffe mit zunehmender Dehnung jedoch ähnlich.

Damit wird in fast allen Drähten und Komponenten ein Härtegradient über der gesamten Probe festgestellt. Vermutlich kommen Einflüsse von Textur, Temperatur oder Eigenspannungen als Hauptursachen dafür in Frage. Sie sollen im Folgenden ausführlich diskutiert werden.

#### Texturgradient

Durch lokal unterschiedlichen Werkstofffluss können sich unterschiedliche Verformungstexturen herausbilden. Während die Umformung im Drahtzentrum nahezu homogen geschieht [58], treten in den Randbereichen aufgrund von geometrischen Fehlpassungen und Reibungseinflüssen mit den Werkzeugen veränderte





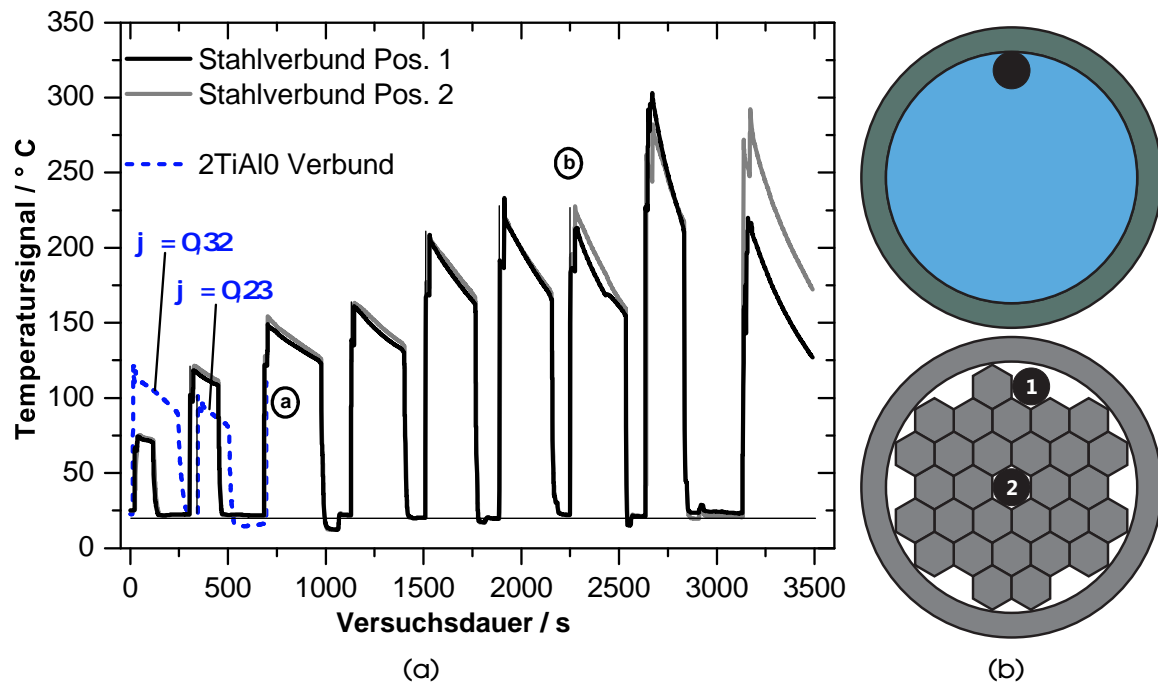
**Abbildung 4.4** Lokale Härte von a) Ti und Al 5049 Teilen der Drähte unterschiedlicher Dehnung, offene Symbole zeigen die Härte in der Nähe des Drahtendes, während ausgefüllte Symbole die Härte in der Nähe der Drahtachse zeigen; b) lokale Härte von Ti-Stegen gleicher Dehnung (hier 8,4) der verschiedenen Drähte

Spannungs- und damit auch Dehnungszustände auf. Diese können Texturgradienten hervorrufen. Bisher unveröffentlichte Experimente mit einer Mikroröntgensonde an der TU Dresden legen nahe, dass das Aluminium tatsächlich einen solchen Texturgradienten aufweist. Dessen Einfluss auf die lokalen mechanischen Eigenschaften kann im Rahmen dieser Arbeit jedoch nicht abschließend geklärt werden.

### Temperatureinfluss

Der Härtegradient in den Drahtquerschnitten ließe sich auch über die Annahme erklären, dass im Außenbereich während der Umformung höhere Temperaturen auftreten als im Drahtkern. Diese Vermutung liegt nahe, da Titan gegenüber Aluminium eine deutlich verringerte Wärmekapazität und -leitfähigkeit besitzt. In Regionen mit viel Titan (Drahtaußenbereich) erwärmt sich das Material aufgrund der höheren Dehngrenze nicht nur stärker, die Wärme kann auch langsamer aus der Umformzone abfließen. Damit ist in diesen Regionen ein Hitzestau möglich, der Erholungsvorgänge und damit eine Härtereduktion verursachen kann.

Um die Temperaturentwicklung direkt in der Umformzone zu beobachten, wurden Experimente mit zwei unterschiedlichen Verbunden durchgeführt, die mit Opferthermoelementen ausgestattet wurden. Der erste Verbund bestand aus Titanhülle und Aluminiumkern ähnlich 2TiAl0. In den Al-Kern wurde eine Nut eingearbeitet und darin ein Thermoelement eingesetzt (vgl. Abb. 4.5b oben). Der zweite Verbund bestand aus niedriglegierten Stahldrähten, die eine deutlich höhere Festigkeit aufweisen als die Ti-Hülle oder der Al-Kern und einem Rohr der gleichen Stahlsorte. Der Stahl wird hier gewählt, um durch dessen höhere Dehngrenze eine Abschätzung



**Abbildung 4.5** Messung der Umformtemperatur während des Rundknetens durch Mitumformen von Thermoelementen. a) Zeitl. Temperaturverlauf eines 2TiAlO Verbundes mit eingesetztem Thermoelement sowie eines niedriglegierten Stahls mit zwei verschiedenen Thermoelementen. b) Anordnung der Thermoelemente (schwarz) für die Messung im Querschnitt der verwendeten Verbunde.

der in den Ti-Al Verbunden maximal zu erwartenden Temperaturen zu geben. Zwei der eingestapelten Stahldrähte wurden durch Thermoelemente ersetzt, sodass die Temperatur im Außen- und Innenbereich des Verbundes simultan ermittelt werden kann (vgl. Abb. 4.5b unten). Beide Verbunde wurden, bis auf den ersten Stich, jeweils mehrfach mit ca. 20 % Querschnittsflächenreduktion umgeformt. Dabei wird über die Thermoelemente sekundlich ein Temperaturwert erfasst. Mit diesem Verbundaufbau wird geprüft, ob bereits innerhalb eines einphasigen Werkstoffs Temperaturgradienten während des Rundknetens im Querschnitt auftreten, und welche Temperaturen erreicht werden können. Die Verbunde wurden nach jedem Stich in Wasser abgeschreckt, sodass sie für den darauf folgenden Umformschritt mit in etwa der gleichen Temperatur starten.

Abbildung 4.5a zeigt die Temperaturmessungen. Die blaue, gestrichelte Kurve zeigt das Messsignal des Thermoelements im 2TiAlO Verbund. Bei Position (a) wurde das Thermoelement zerstört. Während des ersten Stiches, der wie in der Grafik gezeigt einen höheren Umformgrad erreicht als der folgende, wird die Temperatur von 125°C nicht überschritten. Der darauf folgende Stich erreicht gerade einmal 100°C. Da mit zunehmender Verfestigung die Umformtemperatur steigt, ist im wei-

teren Verlauf mit höheren Temperaturen zu rechnen. Jedoch sind die insgesamt gemessenen Temperaturen sehr gering, und deutlich unterhalb der Rekristallisationstemperatur der verwendeten Aluminiumlegierung (ca.  $350^{\circ}\text{C}$  [8]) sowie des Titans.

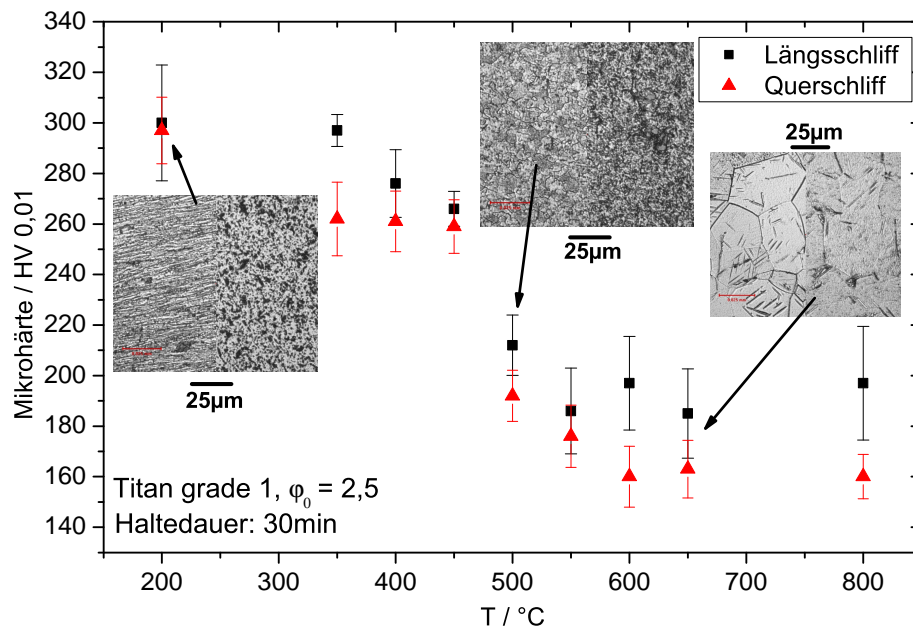
Der ebenfalls verwendete Stahlverbund soll aufgrund seiner höheren Festigkeit eine obere Grenze für die bei der Umformung der Verbunde zu erwartende Temperaturentwicklung festlegen. Eines oder beide Thermoelemente wurden vermutlich bei Position (b) nachhaltig beschädigt, weshalb Messdaten nach diesem Punkt nicht mehr zuverlässig sind. Bis zu diesem Punkt ist der Temperaturunterschied zwischen Hülle und Kern sehr gering. Der Kern des Verbundes zeigt zudem tendenziell höhere Temperaturen als die Hülle. Möglicherweise ist das die Folge der dort leicht erhöhten Radialdehnung [58]. Von einer Temperaturüberhöhung am Rand kann jedoch keine Rede sein. Die sehr kurzzeitig und maximal erreichte Temperatur von ca.  $250^{\circ}\text{C}$  –  $300^{\circ}\text{C}$  kann anhand der Versuche außerdem als maximale Umformtemperatur auch für die Ti-Al Verbunde angesehen werden, da diese eine deutlich geringere mittlere Fließspannung aufweisen. Bei weiterer Umformung zu höheren Werten als in der Abbildung gezeigt, wird die Festigkeit der Verbunde zwar weiter erhöht, jedoch ebenso die spezifische Oberfläche der Stangen bzw. Drähte. Dadurch ergibt sich ein deutlich besserer Wärmeabfluss über das Umformgut selbst bzw. über die Werkzeuge, sodass bei kleineren Querschnittsflächen die Umformtemperatur wieder sinkt. Deshalb beträgt die während der Umformung über einen längeren Zeitraum von bis zu 1-2 min einwirkende Temperatur zu keinem Zeitpunkt mehr als  $300^{\circ}\text{C}$ .

Um den Temperatureinfluss auf das Titangefüge wiederzugeben ist in Abbildung 4.6 die Mikrohärteentwicklung im Längs- und Querschliff einer vorverformten und wärmebehandelten Titan grade 1 Stange gezeigt. Es wird deutlich, dass erst ab Temperaturen von ca.  $400^{\circ}\text{C}$  nach einer Haltedauer von 30 min nennenswerte Erholungsvorgänge einsetzen. Die Rekristallisation ist bei dieser Haltezeit erst ab  $600^{\circ}\text{C}$  abgeschlossen.

Aufgrund dieser Untersuchungen kann davon ausgegangen werden, dass eine signifikante Härtereduktion aufgrund von Temperatureinwirkung während der Umformung im Titan ausgeschlossen werden kann. Allerdings ist es denkbar, dass die lokalen Temperaturen ausreichend sein können um Erholungsvorgänge in der Al-Legierung einzuleiten. Eine Rekristallisation findet jedoch in keinem der Fälle statt.

### Eigenspannungen

Auch Eigenspannungen sind in der Lage, einen Härtegradienten im Gesamtdrahtquerschnitt zu erklären. Druckeigenspannungen können bspw. die Werkstoffhärte lokal erhöhen, während Zugeigenspannungen das Gegenteil bewirken. Da Eigenspannungen immer paarweise auftreten und sich in der Summe zu null addieren müssen, ist zunächst unklar wie sie zu einer allgemeinen Erhöhung der Dehngrenze

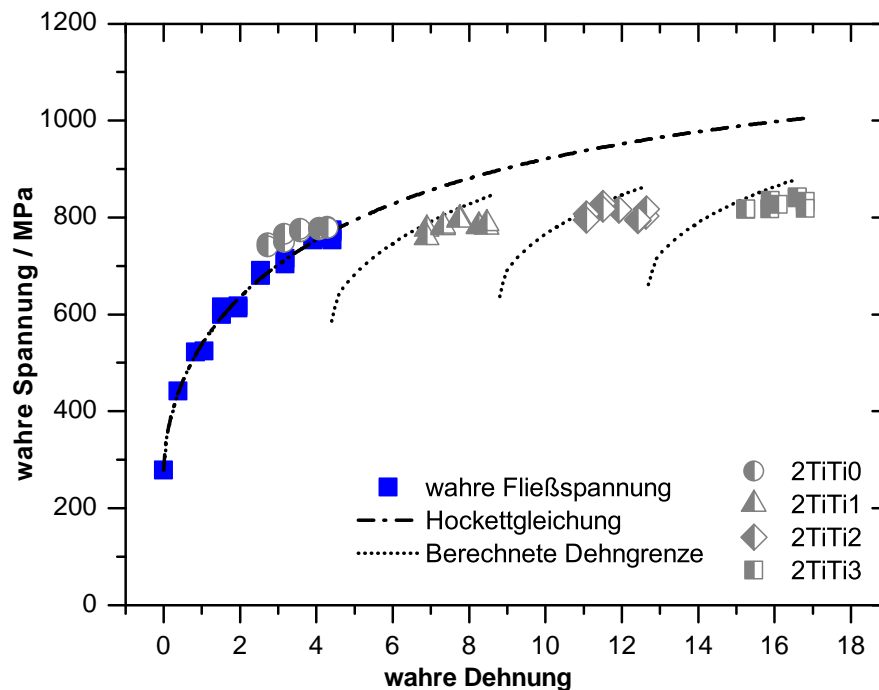


**Abbildung 4.6** Mikrohärte im Längs- und Querschliff eines vorverformten Ti grade 1 Stabes nach verschiedenen Wärmebehandlungen. Die Gefügebilder sind jeweils zweigeteilt, links: Längsschliff, rechts: Querschliff.

beitragen können. Bei einphasigen Werkstoffen ist dies auch nicht zu erwarten. Bei mehrphasigen Werkstoffen ist es jedoch denkbar, dass die schwächere Komponente durch Druckeigenspannungen verstärkt, während die stärkere Komponente durch Zugeigenspannungen geschwächt wird. Wenn letztere aber trotz Zugvorspannung noch eine höhere Dehngrenze aufweist als die verstärkte schwächere Komponente, kann die Gesamtfließgrenze zu höheren Werten verschoben werden.

Die möglichen Eigenspannungszustände der Drähte sind jedoch sehr komplex, da sie mindestens vom mesoskopischen Aufbau, wie auch von der Werkstoffhistorie (Umformung, Temperatur, Grundwerkstoff, etc.) abhängen. Dass aber Eigenspannungen auftreten *müssen*, lässt sich anschaulich zeigen:

Während der Drahtherstellung werden das zunächst unverformte Ti und Al gleichzeitig umgeformt. Nach einer gewissen Mindestdehnung müssen beide Werkstoffe gleichzeitig plastisch fließen, denn nach der gesamten Umformung haben beide, wie bereits belegt wurde, näherungsweise die gleichen plastischen Dehnungen erfahren. Beide Werkstoffe werden aber bei unterschiedlich hohen Fließspannungen umgeformt. Zusätzlich sind ihre elastischen Konstanten voneinander verschieden, sodass sie nach der Umformung von einem unterschiedlichen Spannungsniveau verschieden elastisch rückfedern. Der Gesamtdraht muss jedoch spannungsfrei bleiben, da er sich ansonsten unkontrolliert verformen oder zumindest verbiegen müsste, was nicht beobachtet wird. Um diese Spannungsfreiheit zu erreichen, muss bei näherer Betrachtung die Al-Phase Druckspannungskomponenten, die Ti-Phase



**Abbildung 4.7** Berechnete und gemessene Dehngrenzen der Verbundserie 2TiTi, die keine Überhöhung der Fließgrenze gegenüber den Rechenwerten zeigt. Berechneten Daten liegt die Annäherung der Dehngrenze nach Hockett zugrunde.

Zugeigenspannungen erfahren. Entsprechend den Volumenanteilen der Phasen fallen diese zudem unterschiedlich hoch aus. Da die beiden Werkstoffe in den Verbunden inhomogen über den Querschnitt verteilt sind, ist ein Eigenspannungsgradient über dem Querschnitt durchaus denkbar.

Damit wird bereits deutlich, dass die lokalen mechanischen Eigenschaften *nicht ausschließlich* von der Umformhistorie abhängen, sondern zusätzlich von der Position innerhalb des Verbundes. Wenn somit Härtegradienten über dem gesamten Drahtquerschnitt möglich sind, liegt die Vermutung nahe, dass es auch lokale Härtegradienten innerhalb einzelner Teilbereiche geben kann.

Die Vermutung, dass die Verbunddehngrenze durch lokale Eigenspannungen erhöht wird, wird durch eine weitere Beobachtung gestützt. Die diskutierte Erhöhung der Dehngrenze in den 2TiAl Verbunden gegenüber den berechneten Werten tritt nicht auf, wenn der Referenzverbund 2TiTi betrachtet wird, der nur aus Titan besteht.

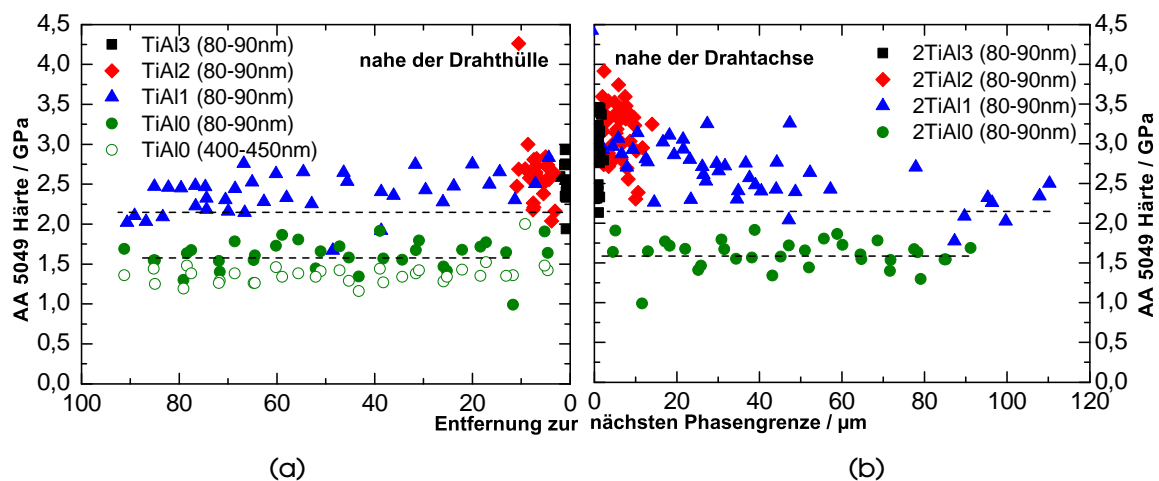
Abb. 4.7 zeigt analog zu Abb. 4.3 die Mess- und Rechenwerte der Verbundfließspannung der 2TiTi Verbundserie. Da hier statt eines Al-Kerns Titan verwendet wurde, sind bei diesem Verbund zwar alle Grenzflächen wie auch in 2TiAl vorhanden, jedoch gibt es keinen Unterschied zwischen den Dehngrenzen der Verbundkomponenten. Mechanische oder thermische Eigenspannungen, wie sie zuvor diskutiert wurden, treten deshalb nicht auf. Die Dehngrenzen der 2TiTi Verbunde befinden

sich deshalb für alle Verbunde fast auf dem erwarteten Niveau. Häufig sind sie sogar etwas niedriger, was vermutlich auf die bereits angesprochene Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften durch eingebrachte Grenzflächen zurückzuführen ist. Der Vergleich der 2TiAl und 2TiTi Drähte lässt deshalb den Schluss zu, dass Eigenspannungen eine tragende Rolle für die mechanischen Eigenschaften dieser Art von Verbunden spielen.

#### Weitere Phänomene an Ti-Al Phasengrenzen

Betrachtet man die Härte der in den Verbunden jeweils dicksten Titanstege (entsprechen einer wahren Dehnung von  $\rho = 8,4$ ) in Abb. 4.4b, ergibt sich zunächst ein einheitliches Bild. Innerhalb der jeweiligen Schwankungsbreite der Messwerte wird in keinem der Fälle ein Härtegradient gefunden. Die Härte der verschiedenen Titanstege wird also nicht durch das Auftreten von Grenzflächen beeinflusst. Die mittlere Härte liegt in etwa bei 4 GPa, lediglich für 2TiAl1 findet man einen leicht erhöhten Mittelwert.

Ein völlig anderes Bild ergibt sich für die Al-Bereiche der Verbunde. Abbildung 4.8 zeigt die Härte der verschiedenen Al Filamente aller Verbunde in Abhängigkeit des Abstands zur jeweils nächsten Ti-Al Phasengrenze.



**Abbildung 4.8** Härte der AA 5049 Al Legierung in der Nähe a) der Drahhülle und b) der Drahtachse der verschiedenen Drähte. Daten für 2TiAl0 sind in beiden Fällen identisch, da hier keine Phasengrenze im Drahtzentrum existiert. Zahlen in Klammern zeigen die Eindringtiefe der Messungen.

Anhand von Abb. 4.8a lässt sich zunächst der Einfluss der Eindringtiefe auf das Ergebnis veranschaulichen. Die offenen Kreissymbole zeigen die Auswertungen für dieselben Eindrücke wie die geschlossenen, jedoch erfolgt die Mittelung der Härte in 400-450 nm statt in 80-90 nm Tiefe. Der Indentierungsgrößeneffekt (ISE) wird erkennbar, denn die Härte aus größerer Tiefe zeigt stets geringere Messwerte.

Auch deren Streuung ist geringer. Der ISE ist jedoch nur schwach ausgeprägt, wie es auch für andere SPD Materialien beobachtet wird. Denn die für einen starken ISE notwendigen Versetzungsvorgänge [88] können durch die bereits sehr hohe Versetzungsdichte nur in geringerem Umfang erfolgen. Für ultrafeinkörnige SPD Werkstoffe wird deshalb oft ein reduzierter ISE beobachtet [89, 90].

Abgesehen von diesen beiden geringen Unterschieden zeigen beide Kurven praktisch einen identischen Verlauf, sodass die Auswertung im Bereich niedriger Eindringtiefen gerechtfertigt ist. Die damit verbundenen Vorteile der sehr hohen lateralen Auflösung bei den untersuchten Strukturen überwiegen die Nachteile deutlich. Daher wird im Folgenden ausschließlich die Härte in 80-90 nm Tiefe diskutiert.

Für den Verbund 2TiAl0 wird, wenn überhaupt, nur ein sehr geringer Härteanstieg von 1,52 GPa auf ca. 1,63 GPa zur Grenzfläche hin beobachtet. Da die einzige hier vorhandene Grenzfläche die zur Drahhülle ist, ist möglicherweise der sonst gefundene Härtegradient vom Kern zur Hülle bereits überlagert. Der Unterschied der Härte von Hülle und Kern kann also in dieser Darstellung unterschätzt sein. Leider ist die Trennung beider Phänomene mit diesem Messverfahren in den verwendeten Materialien praktisch unmöglich.

Der Verbund 2TiAl1 weist die stärksten Abweichungen von den erwarteten Dehngrenzen auf. Tatsächlich wird innerhalb der dort vorhandenen Al Filamente ein starker Härteanstieg bei Erreichen einer Phasengrenze beobachtet. In Nähe der Drahhülle erhöht sich die Härte von 2,14 GPa auf ca. 2,7 GPa, in der Drahtmitte sogar auf ca. 3 GPa. Wie Abb. 4.8b entnommen werden kann, beginnt der Härteanstieg von der Filamentgrundhärte in beiden Fällen etwa bei 70  $\mu\text{m}$  vor der Phasengrenze<sup>3</sup>. Nimmt man in diesem Bereich einen näherungsweise linearen Härteanstieg bis auf den Maximalwert an, beträgt die Härtesteigerung in diesem Bereich durchschnittlich 20 %. Setzt man weiter voraus, alle Filamente haben eine einheitliche, sechseckige Form, dann sind min. 74 % der Al-Phase in ihrer Härte erhöht (was einem Volumenanteil von 0,287 der 0,387 des Gesamtdrahtvolumens entspricht (vgl. Tab. 4.2). Der tatsächlich betroffene Volumenanteil dürfte sogar noch größer sein, da die Filamente im Außenbereich aufgrund der geometrischen Fehlpassung zusätzlich verformt wurden und damit geringere Abstände zwischen den Phasengrenzen entstehen, als es im Drahtzentrum der Fall ist. Eine weitere Erklärung für die hohe Dehngrenze des Verbundes ist demzufolge die lokale Härtesteigerung in der Nähe von Ti-Al Grenzflächen.

Die Al-Filamente in den Verbunden 2TiAl2 und 2TiAl3 zeigen keine Härtesteigerung zur Phasengrenze hin. Die Al-Härte dieser Verbunde liegt mit 3,0 GPa bzw. 2,9 GPa im Drahtzentrum allerdings bereits auf dem Niveau, das auch in 2TiAl1 in Grenzflächennähe erreicht wird. Da die Härtesteigerung in 2TiAl1 bereits 70  $\mu\text{m}$  vor einer Grenzfläche steigt, in 2TiAl2 und 2TiAl3 aber aufgrund der dort sehr kleinen

<sup>3</sup>Damit kann auch ein Einfluss der Messung selbst auf das Ergebnis ausgeschlossen werden. Da die zu den betrachteten Eindringtiefen gehörenden plastischen Zonen der Eindrücke deutlich unterhalb von 1  $\mu\text{m}$  lateraler Ausdehnung liegen, kann der Härteanstieg ab 70  $\mu\text{m}$  vor der Phasengrenze nicht durch die Messung selbst verursacht sein.

Strukturen kein Eindruck weiter als ca.  $15\text{ }\mu\text{m}$  von einer Grenzfläche entfernt sein kann, ist nicht ausgeschlossen, dass die Härte dort bereits vollständig durch die Grenzfläche beeinflusst ist. Das würde wiederum bedeuten, dass die Al-Härte im Bereich von 2,9-3 GPa sättigt, da keine weitere Steigerung in  $2\text{TiAl}_3$  im Vergleich zu  $2\text{TiAl}_2$  mehr erfolgt.

#### 4.4. Gefügeeinfluss auf die lokalen mechanischen Eigenschaften

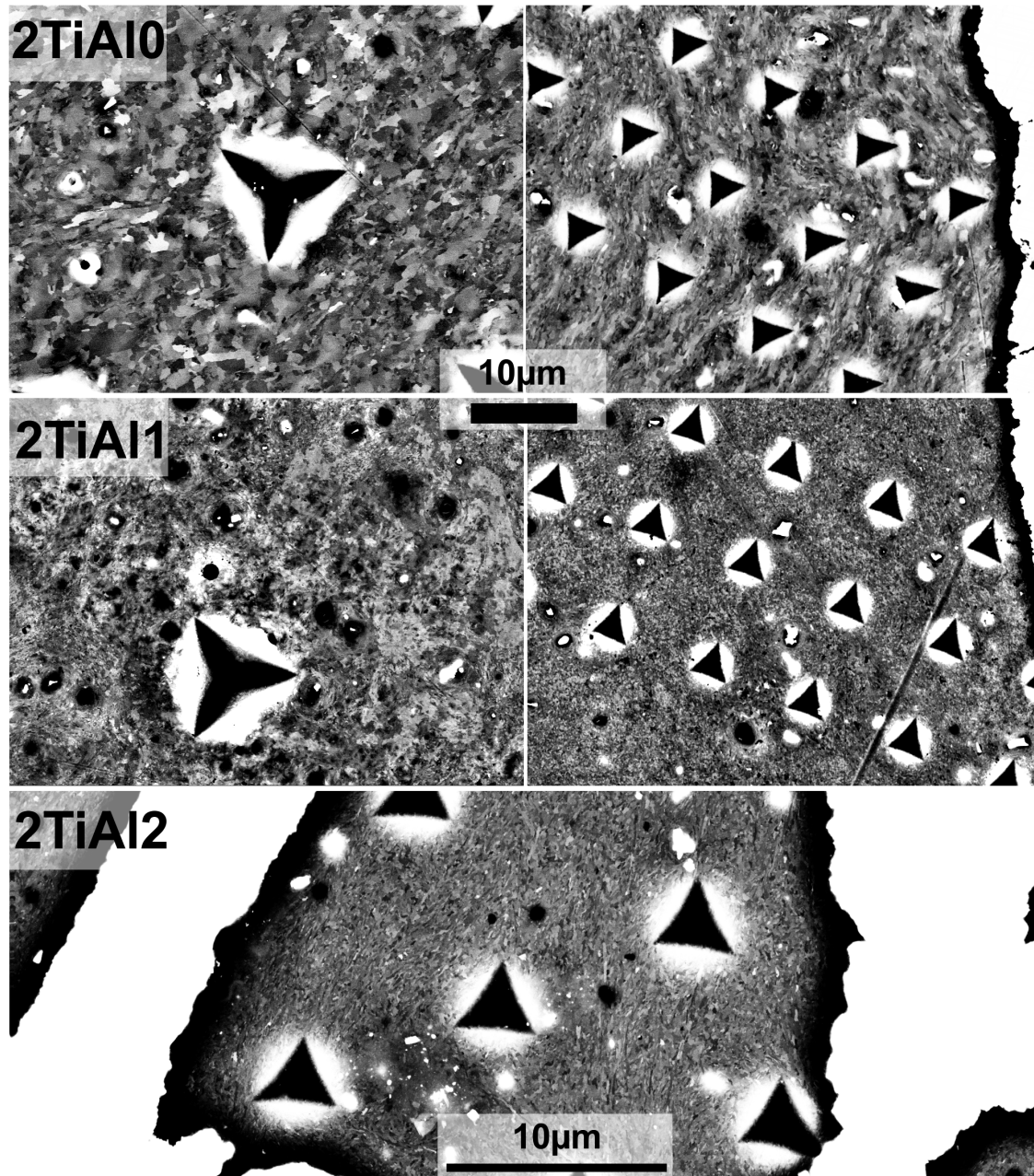
Im Vorgriff auf Kap. 4.8 soll eine qualitative Gefügeanalyse die Beobachtungen ergänzen. In Abb. 4.9 ist das Gefüge der Al-Filamente von  $2\text{TiAl}_0$  und  $2\text{TiAl}_1$  gezeigt. Die linke Spalte zeigt das Gefüge um einen Härteeindruck in großer Entfernung zu einer Phasengrenze, die rechte Spalte jeweils Eindrücke nahe einer Grenzfläche. Ohne eine detaillierte Korngrößenanalyse vorzunehmen ist offensichtlich, dass die Korngröße des Aluminiums von  $2\text{TiAl}_0$  zu  $2\text{TiAl}_1$  in beiden Fällen sinkt. Zusätzlich wird eine verringerte Korngröße in beiden Verbunden zur Grenzfläche hin gefunden. Die Al-Korngröße ist daher *eine* mögliche Ursache der lokalen Härtesteigerung. Diese Beobachtung wird zusätzlich gestützt durch die Tatsache, dass im Verbund  $2\text{TiAl}_2$  kein Korngrößengradient innerhalb eines Filaments mehr vorhanden ist. Dieser Verbund zeigte auch in Abb. 4.8 keine Abhängigkeit der Härte von der Entfernung zur Grenzfläche, was die These des Korngrößeneinflusses stützt.

Dass die Fließspannung der Werkstoffe korngrößenabhängig ist, ist bekannt [20, 21]. Da zudem die Werkstoffhärte linear mit der Fließspannung korreliert, sollte auch die Härte korngrößenabhängiges Verhalten zeigen. Bei gleichem Werkstoffzustand und halbiert Korngröße steigt die Härte nach der Hall-Petch Beziehung um den Faktor  $\sqrt{2}$ . Das ist in etwa die Größenordnung, die auch für den Härteanstieg in  $2\text{TiAl}_1$  zum Rand hin beobachtet wird. Darüber hinaus wird Abb. 4.16 zeigen, dass die Al-Korngröße fernab von Phasengrenzen von  $2\text{TiAl}_0$  zu  $2\text{TiAl}_1$  von 1,5 bzw. 0,5 auf 0,7 bzw. 0,3  $\mu\text{m}$  sinkt (je nach Korndefinition). Die Korngröße halbiert sich also von  $2\text{TiAl}_0$  zu  $2\text{TiAl}_1$  näherungsweise. Gleichzeitig steigt die zugehörige Grundhärte deutlich von 1,52 GPa auf 2,15 GPa (gestrichelte waagerechte Linien in Abb. 4.8), was einer Steigerung um den Faktor 1,4, also in etwa  $\sqrt{2}$ , entspricht.

Es ist also möglich, die Al-Grundhärtesteigerung auch durch Kornfeinung zu erklären. Nicht berücksichtigt bleiben dabei allerdings die evtl. überlagerten Eigenspannungen des Verbundes. Die Kornfeinung als dominante Einflussgröße auf die Härte hätte jedoch den zusätzlichen Vorteil, dass sie auch die beobachtete Härtesättigung an den Phasengrenzen wie auch die mit dem Umformgrad erklären kann.

Wie gezeigt wurde, sinkt die Al-Korngröße mit steigendem Umformgrad und mit sinkendem Abstand zu einer Ti-Al Phasengrenze. Damit drängt sich u. a. die Frage auf, warum in den Randbereichen der Filamente die Korngröße stärker sinkt als in deren Innern. Um diese Frage zu beantworten, müssen die für die Kornfei-





**Abbildung 4.9** Al Gefüge von 2TiAl0 und 2TiAl1 weit entfernt von (linke Spalte), sowie in unmittelbarer Nähe zu Ti-Al Phasengrenzen (rechte Spalte). Unten: Gefüge eines 2TiAl2 Al Filamentes mit Nanohärteeindrücken zum Vergleich.

nung zugrunde liegenden Vorgänge betrachtet werden. Viele Arbeiten beschäftigten sich bereits mit den Mechanismen der Kornfeinung in stark verformten Werkstoffen [25, 26, 37, 40, 34]. Trotzdem gibt es nach wie vor kein alleiniges, allgemein akzeptiertes Modell, nach dem die Kornfeinung beschrieben werden kann. Einige Arbeiten beschäftigen sich mit Ansätzen der dynamischen Disklination-Versetzungswchselwirkung [91], andere gehen von einem reinen versetzungs-basierten Mechanismus aus [34, 92, 93]. Beide Ansätze führen zu guten Übereinstimmungen mit Experimenten, wenngleich letzterer Ansatz leichter nachzuvollziehen ist.

Dabei wird davon ausgegangen, dass ein Teil der durch Verformung eingebrachten Versetzungen aufgrund ihrer Wechselwirkungen untereinander Zellwände bilden. Diese Zellwände können durch den Einbau weiterer Versetzungen Kleinwinkel- und schließlich Großwinkelkorn Grenzen bilden und teilen so die ursprünglichen wenigen großen Körner in viele kleine auf [25, 26]. Auf diesen Modellen von Kocks und Mecking basierend wurden zahlreiche Erweiterungen und Abwandlungen erstellt. Eine erst kürzlich erschienene Übersichtsveröffentlichung von Estrin und Vinogradov gibt darüber einen sehr guten Überblick [40].

Unabhängig davon, welche mögliche Ursachen der Kornfeinung man jedoch für gültig erklärt, das Vorhandensein und die Bewegung von Versetzungen bzw. Gitterfehlern spielt in jedem Fall eine zentrale Rolle. Werden also, wie im vorliegenden Fall, Bereiche besonders starker Kornfeinung beobachtet, liegt die Vermutung nahe, dass dort vermehrt Versetzungen (oder Gitterfehler) gebildet und bewegt worden sein müssen. Warum aber sollte das in den Außenbereichen der Filamente von 2Ti-Al1 und in der Nähe der Ti Hülle in 2TiAl10 im Vergleich zu den Innenbereichen vermehrt der Fall gewesen sein? Die Lösung scheint einfach:

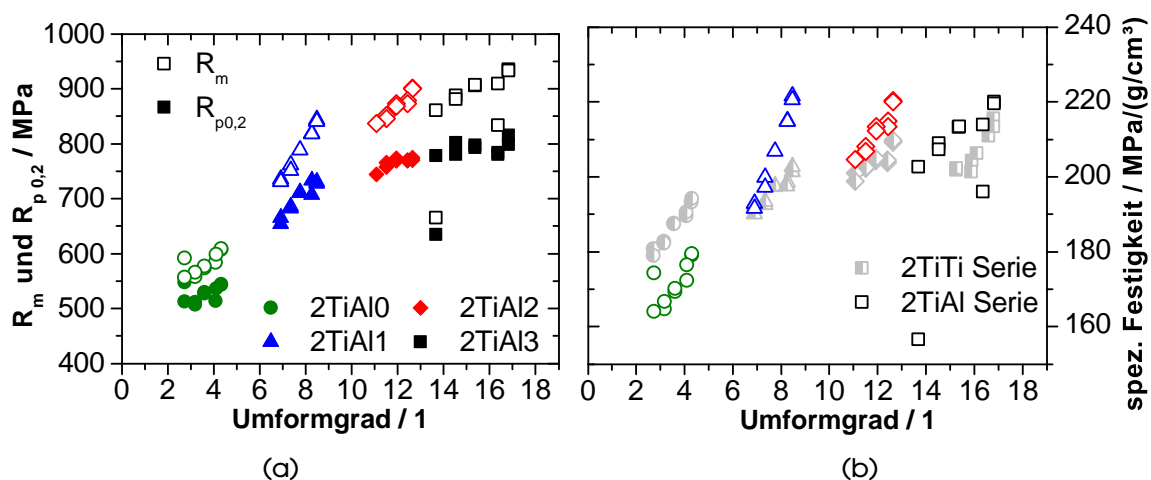
Im Falle von 2TiAl10 – dem einfachen Titanhülle-Aluminiumkern Verbund – wirkt sich die Reibung mit den Umformwerkzeugen aufgrund deren Rotation während eines Umformschrittes als eine zusätzliche Kraft in Drahtumfangsrichtung aus. Diese Kraft bewirkt eine Verschiebung der Außenbereiche des Verbundes in Umfangsrichtung. Um diese Verschiebung gewährleisten zu können, müssen auch im Polykristall entweder die in den jeweiligen Körnern bereits aktiven Gleitsysteme vermehrt oder bis dahin ungenutzte zusätzlich aktiviert werden. Es findet also eine erhöhte Versetzungsbildung bzw. -bewegung statt, womit die so beeinflussten Probenbereiche eine stärkere Kornfeinung erfahren können, als das im Kern des Verbundes – weit weg vom Schereinfluss – der Fall ist.

Nach dem Einstapeln von 37 2TiAl10 Verbunddrähten in ein neues Titanrohr zum neuen Verbund 2TiAl1 werden diese Bereiche weiter umgeformt. Die lokal erhöhten Versetzungsdichten in den Außenbereichen der Filamente wirken nach wie vor, auch wenn im neuen Verbund keine zusätzliche Scherverformung in diesen Bereichen mehr wirksam ist. Denn die einmal erhöhte Defektdichte lässt sich dort ohne thermischen Stimulus nicht beseitigen. Die Kornfeinung ist in diesen Bereichen also weiterhin begünstigt.

Für die Verbunde 2TiAl2 und 2TiAl3 kann kein solcher Korngrößengradient mehr nachgewiesen werden. Hier reicht die wahre Dehnung der Filamente in Z-Richtung ( $\rho > 12$ ) vermutlich bereits aus, um genügend Versetzungsaktivität erzeugt zu haben um die Korngröße in Sättigung zu bringen.

## 4.5. Globale mechanische Eigenschaften

In Abb. 4.10a sind die technische Dehngrenze und die Zugfestigkeit der Drähte im Verlauf des Herstellungsprozesses gezeigt. Die Zugfestigkeit ist mit offenen Symbolen gekennzeichnet. Sie liegt i. d. R. um 100 - 120 MPa über der Dehngrenze. Nur für den 2TiAl0 Verbund sind es lediglich 50 MPa. Das Material verfestigt dementsprechend nach Erreichen der Dehngrenze um ca. 10-16 %.

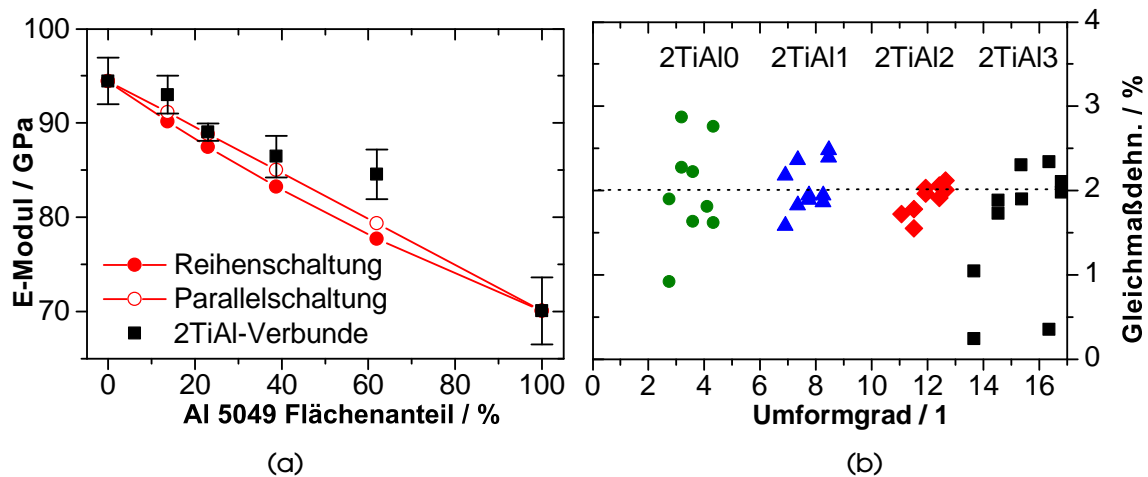


**Abbildung 4.10** a) Zugfestigkeit und (techn.) Dehngrenze, b) auf die Massendichte bezogene Zugfestigkeit der Verbunddrähte

Die spezifische Festigkeit (Abb. 4.10b) erreicht für den Verbund 2TiAl1 ein Maximum knapp oberhalb von  $220 \text{ MPa}/\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ , während die vergleichbaren Drähte 2TiAl2 und 2TiAl3 knapp unterhalb dieses Wertes bleiben. Für eine Anwendung im klassischen Leichtbau ist also der Draht 2TiAl1 bereits bestens geeignet. Die zuvor diskutierten, festigkeitssteigernden Faktoren (Korngröße, Eigenspannungen, Grenzflächeneffekte) sind in diesem Verbund besonders stark ausgeprägt. Es ist außerdem wahrscheinlich, dass hier eine Überlagerung der verschiedenen festigkeitssteigernden Faktoren gemäß Gleichung 2.7 mit hohen q-Werten (starke Wechselwirkung der verschiedenen Faktoren) auftritt. Deshalb übertrifft die spezifische Festigkeit dieses Verbundes vermutlich auch die aller anderen.

Die grau dargestellten, halb gefüllten Datenpunkte zeigen die Vergleichsdaten der 2TiTi Drahtserie. Deren spezifische Festigkeit ist für beinahe alle Verbunde (außer den nicht eingestapelten) geringer als die der Drähte mit Aluminiumanteil. Die

Ursache sind vermutlich die aufgrund der größeren Verbundhomogenität geringer ausgeprägten festigkeitssteigernden Faktoren. Die spezifische Festigkeit kann im Verbund mit Aluminium gegenüber gleichartig hergestellten reinen Titanverbunden gesteigert werden, da in letzteren u. a. keine (lokale) Härtesteigerung durch Grenzflächen eintritt und auch mechanische und thermische Eigenspannungen kaum eine Rolle spielen.

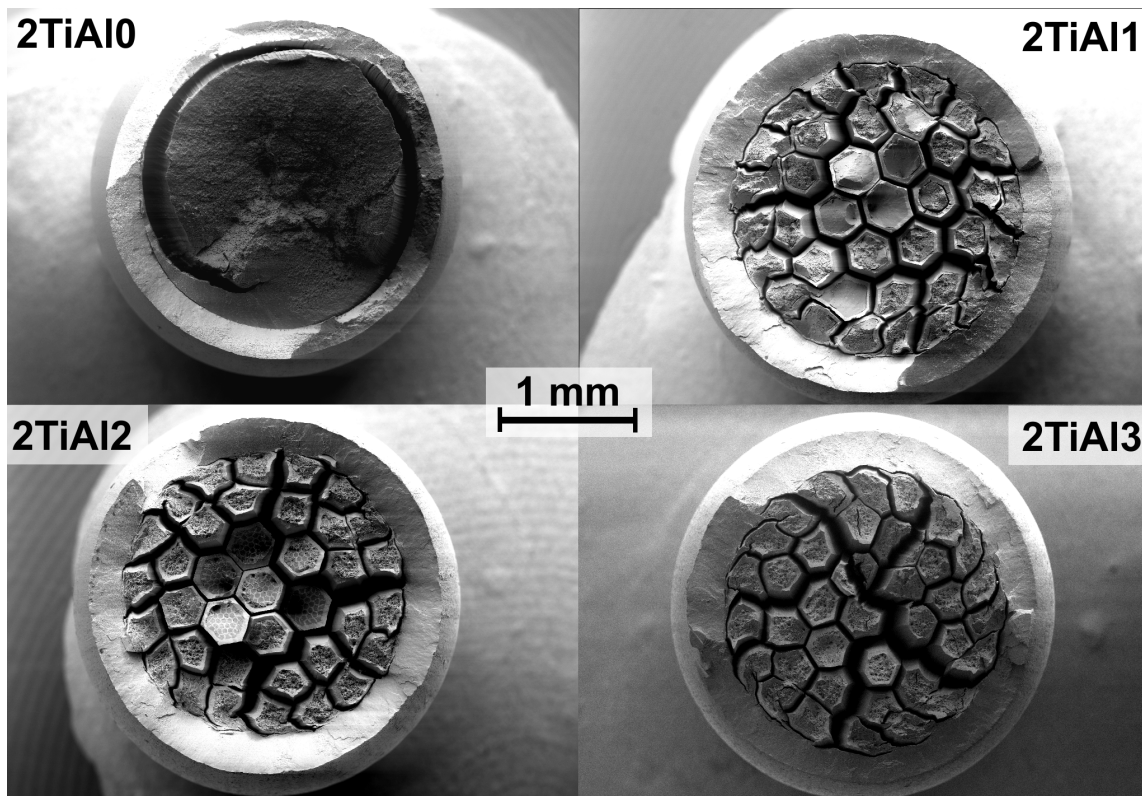


**Abbildung 4.11** a) E-Modul der Verbunddrähte in Abhängigkeit des Al Anteils, b) Gleichmaßdehnung der verschiedenen Verbunddrahtserien

Die E-Modulbestimmung erfolgte ausschließlich im Zugversuch in Drahtlängsrichtung (ohne Lastabsenkung). Die Abb. 4.11a zeigt den Verlauf des E-Moduls in Abhängigkeit des Al-Flächenanteils. Die Mittelwerte des E-Moduls jeweils aus allen Messungen der Fließkurven für Ti Grade 1 und AA 5049 bilden die obere und untere Grenze für den Verbund-E-Modul. Der Literaturwert von 110 GPa als obere Verbundmodulgrenze für Titan wird nicht erreicht, sondern lediglich ca. 95 GPa. Die ungenaue E-Modulbestimmung im Zugversuch und die starke Texturierung sind vermutlich die Ursache.

Die Abhängigkeit des E-Moduls von der Verbundzusammensetzung ist annähernd linear und zu etwas höheren Werten verschoben als erwartet. Der E-Modul für 2TiAl0 weicht sogar noch etwas stärker von dieser Tendenz ab. Zur besseren Orientierung sind die Verläufe bei Annahme einer Reihen- bzw. Parallelschaltung mit gezeigt. In der Regel sind jedoch die Schwankungsbreiten der Messwerte größer als die Differenz beider theoretischer Verläufe.

Abbildung 4.11b zeigt, dass die Gleichmaßdehnung der Drähte zwar um ein relativ niedriges Niveau von ca. 2 % streut, jedoch scheint dieser Werte gleichzeitig die untere Begrenzung der Gleichmaßdehnung zu sein. Alle Drähte zeigen im Mittel etwa 2 % Gleichmaßdehnung. Lässt man drei Messwerte von 2TiAl3 außen vor, lässt sich sogar eine abnehmende Streuung der Messwerte mit der Zyklenzahl vermuten.



**Abbildung 4.12** Bruchflächen der Verbunde 2TiAl0 bis 2TiAl3 im Vergleich.

#### 4.6. Bruchflächenanalyse der Verbunde

Repräsentative Bruchflächen der im Zugversuch geprüften Drähte sind in Abb. 4.12 dargestellt. Alle vier Verbunde zeigen eine ausgeprägte Einschnürung, wie aus der tatsächlichen Bruchfläche und der dahinter liegenden Projektion des nicht eingeschnürten Drahtbereichs hervorgeht.

Der Aluminiumkern in 2TiAl0, genau wie viele der größten Einzelfilamente in den restlichen Verbunden schnüren jeweils für sich auch noch einmal ein. Diese Beobachtung zeigt, dass zum einen nicht nur alle Drahtbereiche durch die externe Last belastet werden, sondern außerdem, dass sie sich nach wie vor plastisch verformen können. Was zunächst trivial klingt, ist für die weitere Diskussion wichtig, denn es bedeutet u. a., dass die Gesamtverbundeigenschaften nicht primär durch die neu eingebrachte Titanhülle bestimmt werden.

In der Nähe des Drahtzentrums von 2TiAl1 und 2TiAl2 findet man jedoch auch Filamente, die kaum oder gar keine Anzeichen einer Einschnürung zeigen. Sie haben glatte Bruchflächen und man findet keine Lücken zwischen Ihnen, wie sie bei Einschnürungen zu erwarten sind. Das Bruchverhalten ist also im Drahtkern für diese Verbunde eher spröde und in der Nähe des Drahtrandes duktiler. Wie bereits gezeigt werden konnte, existiert ein Gradient der lokalen Härte der Einzelbestandteile

ebenfalls vom Drahtkern (hohe Härte) zum Rand hin (niedrigere Härte). Daher liegt der Schluss nahe, dass in Randbereichen mit niedrigerer Härte und Dehngrenze, womöglich ausgelöst durch ein Einschnüren der Hülle, auch nach innen angrenzende Filamente beginnen plastisch zu fließen. Sobald erste Risse entstehen oder erste Filamente reißen, steigt die Last auf die verbleibenden Filamente schlagartig. Damit steigt auch die in den verbliebenen Filamenten wirksame Dehnratesprunghaft an. Wird die Dehnrates zu groß, ist ein sprödes Versagen des Restquerschnitts wahrscheinlich.

Eine durch den Belastungsverlauf des Verbundes variierende Dehnrates ist also in der Lage, das unterschiedliche Bruchverhalten ansonsten fast gleicher Filamente zu erklären. Dazu wird lediglich vorausgesetzt, dass die Verbundeinschnürung zunächst in der Titanhülle beginnt und sich nach innen fortsetzt.

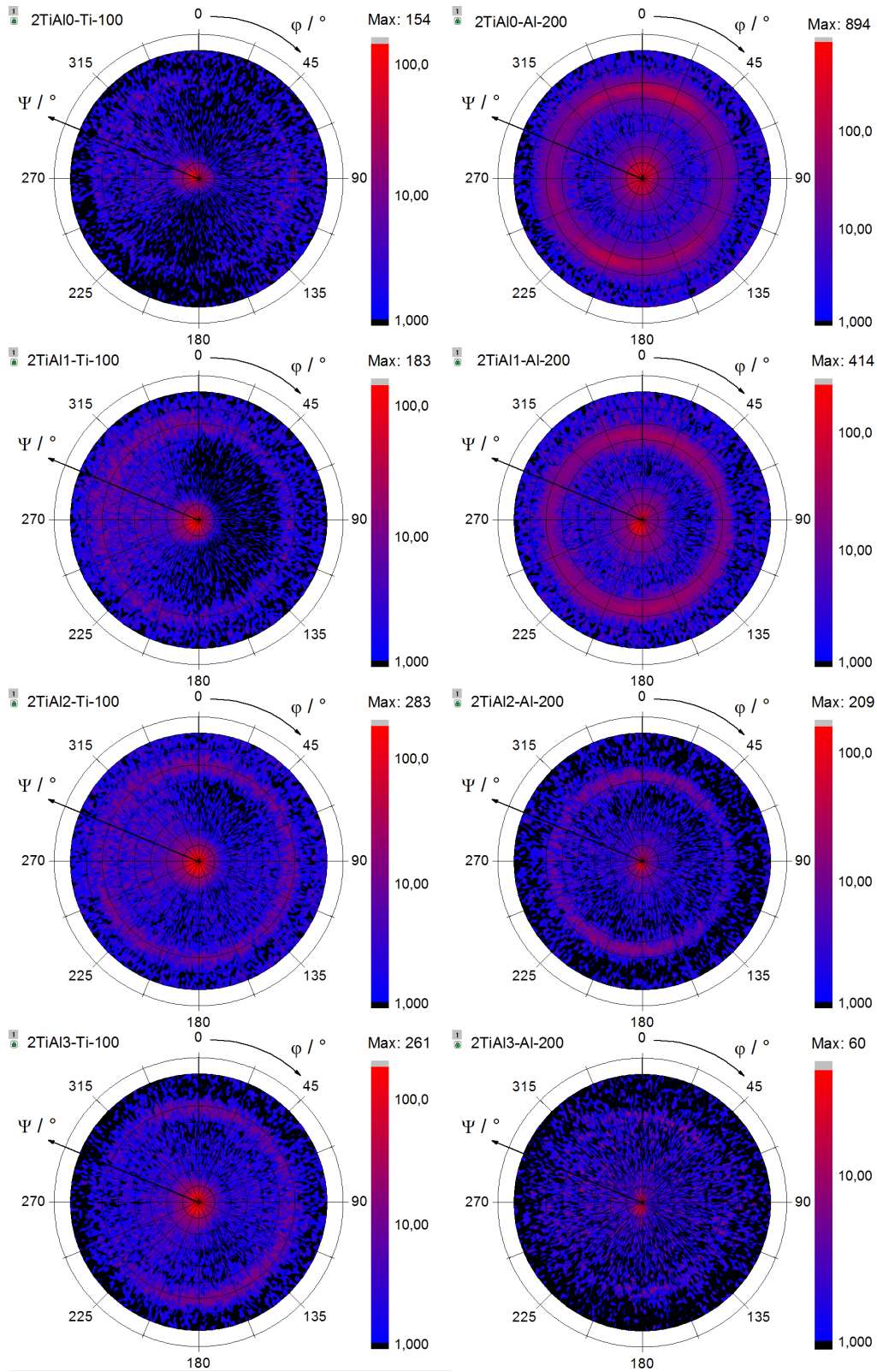
Gegen diese Argumentation spricht jedoch, dass das beschriebene Verhalten im Verbund  $2\text{TiAl}_3$  nicht beobachtet wird. Dort schnüren alle Teilfilamente separat ein und es gibt keinen spröde brechenden Drahtkern. Zwei Ursachen könnten dieses Verhalten erklären. Zum einen tritt die Rissentstehung aufgrund der höheren Festigkeit erst bei höheren Spannungen ein. Damit kann der Drahtkern bereits weiter (und gleichmäßiger) gedehnt worden sein als das bei den anderen Verbunden der Fall war. Zum anderen ist der Al-Volumenanteil sehr klein, was dazu führt, dass der Verbund insgesamt homogener ist und geringere lokale Eigenschaftsschwankungen auftreten, die eine vorzeitige Rissentstehung begünstigen.

## 4.7. Globale Texturentwicklung

In Abbildung 4.13 sind die wichtigsten Polfiguren für Al und Ti zur qualitativen Beurteilung der Texturentwicklung der Drähte gezeigt. Da sich in allen Fällen die Drahtzusammensetzung ändert, ist eine quantitative Analyse schon aus diesem Grund erschwert. Zudem können die makroskopischen Messungen die Texturentwicklung in den einzelnen Verbundteilen nicht berücksichtigen. Eine makroskopische, quantitative Texturanalyse ist deshalb nicht zielführend. Im Folgenden wird daher lediglich der qualitative Verlauf beurteilt. Die Polfiguren sind hintergrundkorrigiert, jedoch wurde keine Defokussierungskorrektur vorgenommen.

Anhand der Maximalintensitäten (Ti: 154 cps ( $2\text{TiAl}_0$ ) bis 261 cps ( $2\text{TiAl}_3$ ); Al: 894 cps ( $2\text{TiAl}_0$ ) bis 60 cps ( $2\text{TiAl}_3$ )) beider Phasen lässt sich ein großer Einfluss der Volumenanteile beider Phasen erkennen. Die Maximalintensitäten verhalten sich annähernd proportional zu den jeweiligen Volumenanteilen der Phasen. Darüber hinaus tritt das Maximum der Beugungsintensität in beiden Phasen immer im Zenit der Polfigur auf, was jedoch auch an der mangelnden Defokussierungskorrektur liegen kann. Im Vergleich zum Al erhöht sich die Beugungsintensität im Ti mit dem Volumenanteil nur mäßig. Die starke Kornfeinung und die enorme Defektdichte sind eine mögliche Ursache, denn beide Faktoren verringern die Beugungsintensität zugunsten der Halbwertsbreite eines Reflexes.





**Abbildung 4.13** Al {200} und Ti {100} ( $\{1\bar{2}10\}$ ) Polfiguren für 2TiAl0, -1, -2 und -3 des Drahtquerschnittes. Senkrecht zur Bildebene steht also in allen Fällen die Drahtachse.

Für die qualitative Beurteilung der Textur spielt das aber keine Rolle. Das Titan bildet in allen Fällen die erwartete  $\{10\bar{1}0\}$  Fasertextur aus. Erkennbar ist dies am  $\{100\}$  Reflex im Zentrum in Kombination mit dem ringförmigen Maximum bei  $60^\circ$ . Diese für axialsymmetrisch verformte Metalle hexagonaler Struktur typische Umformtextur [94] zeichnet sich durch eine starke Ausrichtung der a-Achse in Drahtachsenrichtung aus. Senkrecht dazu steht die c-Achse in radialer Richtung. Innerhalb der  $\{100\}$  Polfiguren des Titans kann in keinem Verbund eine weitere Texturkomponente gefunden werden. Diese Ausrichtung der c-Achse in Druckspannungsrichtung (Radialrichtung) verhindert bspw. in Magnesium ( $c/a = 1,62$ ) höhere Umformgrade durch Walzen bei Raumtemperatur. Im Verbund mit einer Titanhülle konnte jedoch erst kürzlich eine Kaltumformung mittels Rundkneten auch von Magnesium bis hin zu sehr hohen Umformgraden durchgeführt werden [95]. Die beim Rundkneten im Vergleich zum Walzen aktive, hohe tangential Druckspannungskomponente ist vermutlich die Hauptursache (vgl. Kapitel 2.4) für dieses geänderte Umformverhalten.

Das im Verbund vorhandene Al bildet eine Umformtextur bestehend aus mindestens zwei Komponenten. In der  $\{200\}$  Polfigur von  $2\text{TiAlO}$  ist ein Intensitätsmaximum im Zenit erkennbar, was einer  $\langle 100 \rangle$  Texturkomponente entspricht. Üblicherweise ist diese symmetrisch aufgrund des Umformverfahrens, was aber anhand lediglich einer Polfigur nicht gezeigt werden kann. Die zweite Texturkomponente hingegen hat offensichtlich Fasertexturcharakter, denn der Intensitätsring bei ca.  $55^\circ$  ist das Resultat der  $\{100\}$  Ebenen einer  $\langle 111 \rangle$  Fasertexturkomponente. Diese gemischte  $\langle 100 \rangle$  und  $\langle 111 \rangle$  Fasertextur ist in kubisch flächenzentrierten Metallen bei axialsymmetrischen Umformverfahren wie auch dem Ziehen sehr verbreitet [94]. Lediglich das Verhältnis der Volumenanteile beider Komponenten ist in den unterschiedlichen Werkstoffen verschieden und hängt von deren Stapelfehlerenergie ab [94]. Häufig wird mit sinkender Stapelfehlerenergie ein erhöhter  $\langle 100 \rangle$  Fasertexturanteil beobachtet.

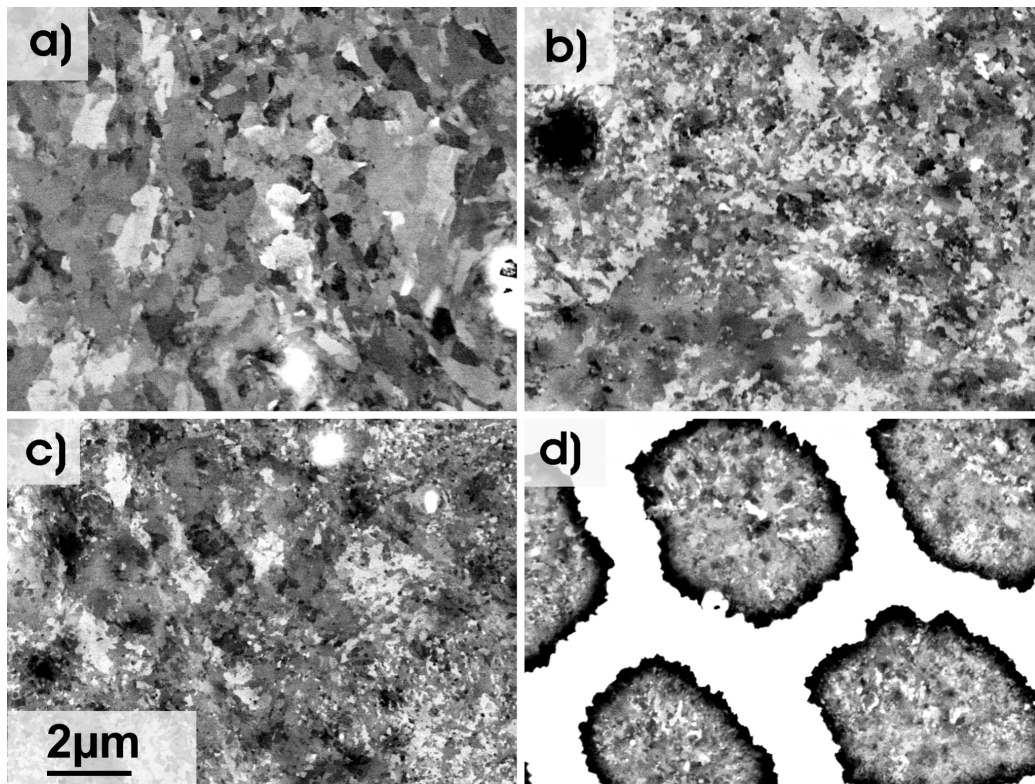
Unabhängig von den verschiedenen Intensitätsmaxima ist die Textur beider Phasenanteile in allen Verbunden qualitativ dieselbe. Es kommt keine neue Komponente zu irgend einem Zeitpunkt oder Umformgrad hinzu, genauso wenig wie Texturkomponenten ausgelöscht werden. Sämtliche Vorgänge, die zur Umformtexturbildung beitragen, müssen sich dementsprechend bereits vor Erreichen des Umformgrades von  $2\text{TiAlO}$  ( $\rho = 4,3$ ) abgespielt haben.

## 4.8. Gefügeentwicklung

### 4.8.1. AA 5049

Die im folgenden gezeigten Gefügebilder der Al-Legierung repräsentieren in allen Fällen das Gefüge eines Al-Filaments in der Nähe des Drahtzentrums und weit weg von Phasengrenzen, um den Einfluss der behandelten Grenzflächeneffekte auf die



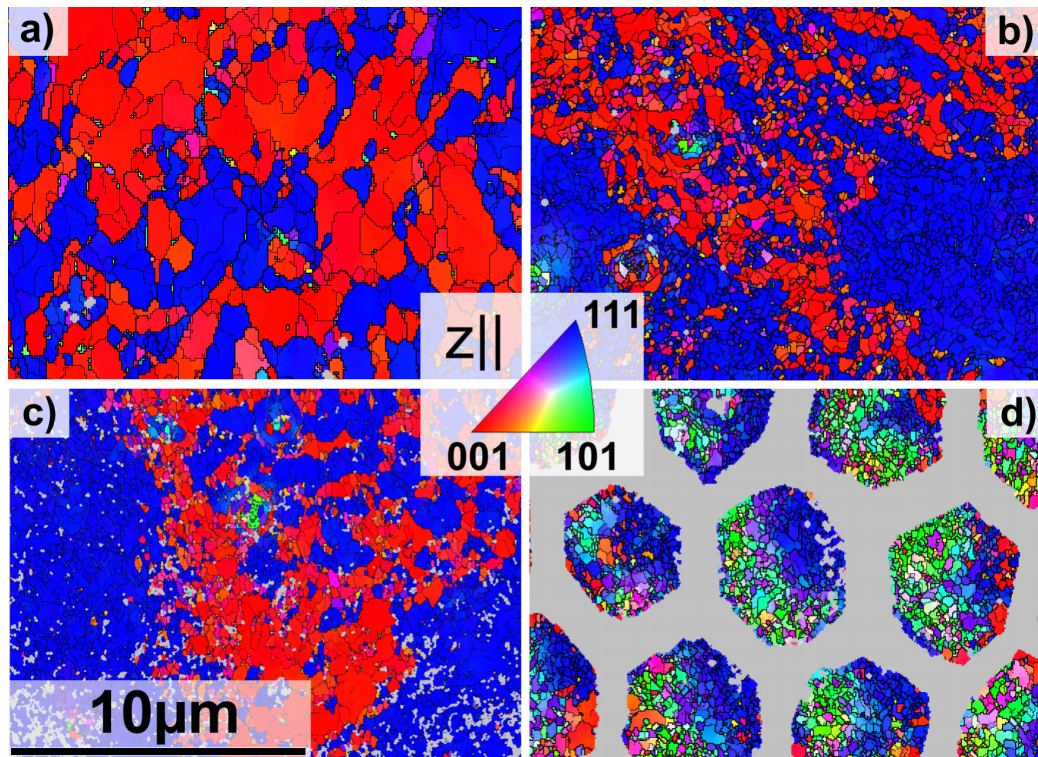


**Abbildung 4.14** Al Gefüge des Drahtes a) 2TiAl0, b) 2TiAl1, c) 2TiAl2 und d) 2TiAl3 im Rückstreuungskontrast.

Messergebnisse zu minimieren. Aus diesem Grund zeigen die Bilder auch jeweils das größte auftretende Gefüge der Al-Phase mit gleichem nominalen Umformgrad (vgl. Abb. 4.9).

So wird in Abb. 4.14 deutlich, dass die Korngröße von Verbund zu Verbund, also mit zunehmendem Umformgrad sinkt. Finden sich im Teilbild a) noch Körner der Größenordnung 1-3  $\mu\text{m}$ , besteht die Al-Phase in den Verbunden 2TiAl2 und 2TiAl3 aus Körnern deutlich kleiner als 1  $\mu\text{m}$ . In Teilbild d) sind bereits die Titanstege (weiße Bereiche) als Wabenstruktur erkennbar, die aufgrund der höheren Ordnungszahl im Bild überstrahlen. In allen Abbildungen finden sich punktförmige, helle Bereiche, die die Mn- oder Fe-reichen Ausscheidungen der Al-Legierung zeigen. Sie werden im Verlauf der Umformung ebenfalls stark verkleinert, was bedeutet, dass sie ebenfalls plastisch fließen und nicht einfach spröde brechen. Das Gefüge im Querschnitt zeigt in allen Fällen eine nahezu uniaxiale Form der Körner. Lediglich zur nächsten Grenzfläche hin werden mitunter Fließzonen beobachtet, die die Kornform in Fließrichtung ausgerichtet erscheinen lassen (vgl. mit Abb. 4.9). Die Korngröße wird im Folgenden anhand von EBSD-Daten genauer untersucht.

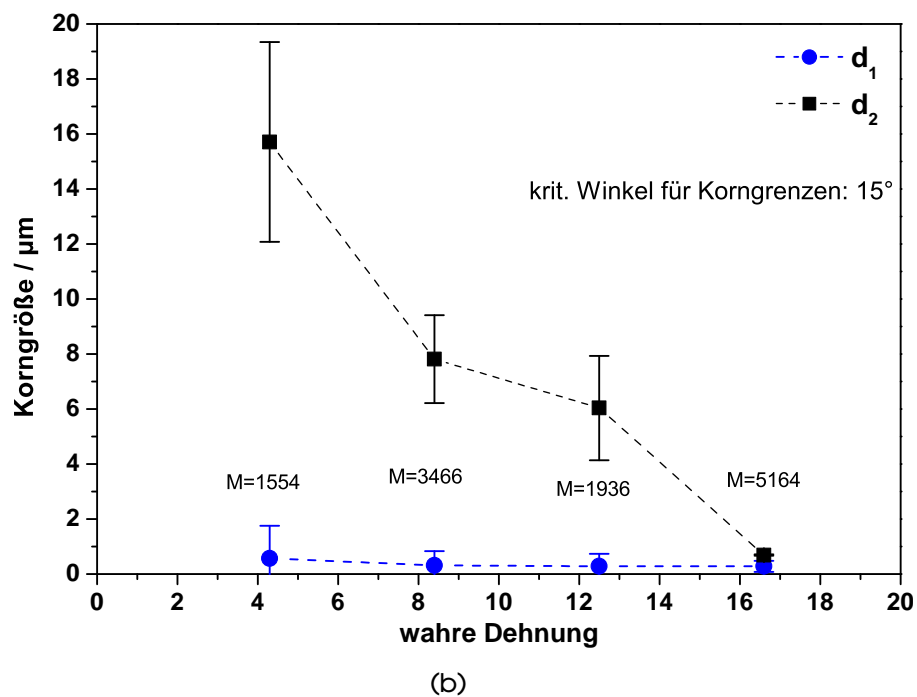
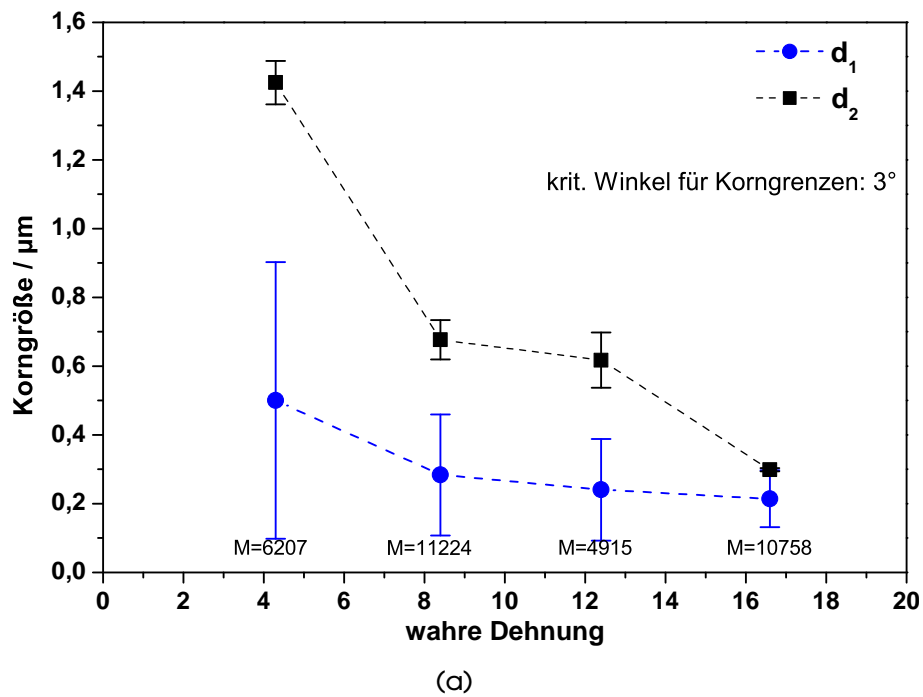
In Abb. 4.15 sind gleichwertige Regionen der jeweiligen Querschnitte der Verbunde anhand von EBSD-Messungen gezeigt. Der Trend aus Abb. 4.14 kann damit



**Abbildung 4.15** EBSD-Karten der AA 5049 Phase aus dem Zentrum der Verbunde: a) 2TiAl<sub>0</sub>, b) 2TiAl<sub>1</sub>, c) 2TiAl<sub>2</sub> und d) 2TiAl<sub>3</sub>. Misorientierungen von min. 3° bilden eine Korngrenzenlinie.

bestätigt werden. Der Gesamteindruck zeigt bereits, dass die lokale Textur der Al-Legierung der globalen aus Abb. 4.13 qualitativ entspricht, denn die global gemessenen  $\langle 100 \rangle$  und  $\langle 111 \rangle$  Fasertexturkomponenten werden auch in den Einzelkarten sichtbar (rot bzw. blau). Der Verbund 2TiAl<sub>3</sub> zeigt zudem zunehmende Teile einer  $\langle 110 \rangle$  Fasertexturkomponente.

Ausgangsgefüge für die AA 5049 Legierung ist ein Gussgefüge mit Stängelkörnern in der Größenordnung einiger Millimeter. Die Umformung während der Herstellung führt zu starker Kornfragmentierung. In Abb. 4.16a und b ist die Entwicklung der Korngröße jeweils für Körner mit min. 3° bzw. 15° Misorientierung zueinander in Abhängigkeit der wahren Dehnung gezeigt. Die Korngröße ist dort durch zwei Berechnungsmethoden ermittelt um die Bimodalität des Gefüges besser darstellen zu können. Der einfache arithmetische Mittelwert  $d_1$  der äquivalenten Korndurchmesser  $d_i$  aller Körner (blauer Kreis, Gl. 4.1) überschätzt kleine Körner aufgrund ihrer hohen Anzahl. Wenige große Körner fallen bei dieser Berechnung kaum ins Gewicht, obwohl sie mitunter einen Großteil der Fläche des Gefüges ausmachen. Diese Diskrepanz wird deutlich, wenn die Korndurchmesser jeweils mit der zugehörigen Kornfläche  $A_i$  zu  $d_2$  (grüne Quadrate, Gl. 4.2) gewichtet werden. Damit werden



**Abbildung 4.16** Mittlere Korngröße von AA 5049 bestimmt über Gl. 4.1 und 4.2 , a) Korngrenzen werden ab  $3^\circ$  Misorientierung erfasst, b) ab  $15^\circ$  Misorientierung. Die M-Werte geben die jeweilige Gesamtkornanzahl an.

größere Körner stärker berücksichtigt und die berechnete mittlere Korngröße sowie deren Standardabweichung verschiebt bzw. verringert sich deutlich.

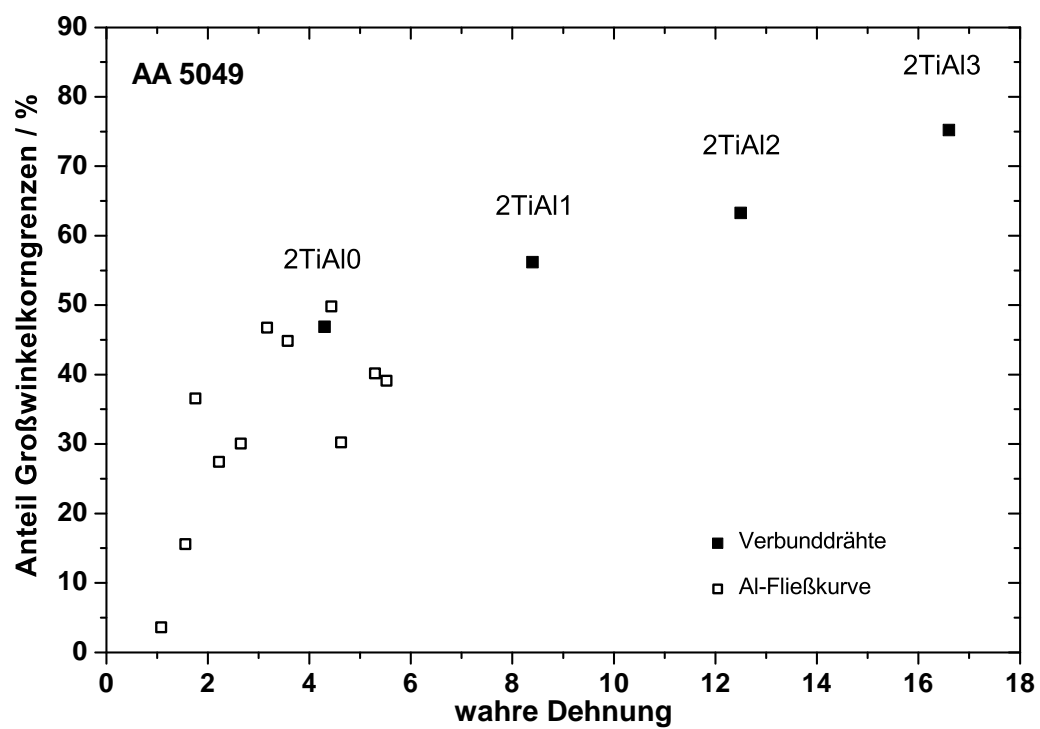
$$d_1 = \frac{\sum d_i}{N} \quad (4.1)$$

$$d_2 = \frac{\sum d_i A_i}{\sum A_i} \quad (4.2)$$

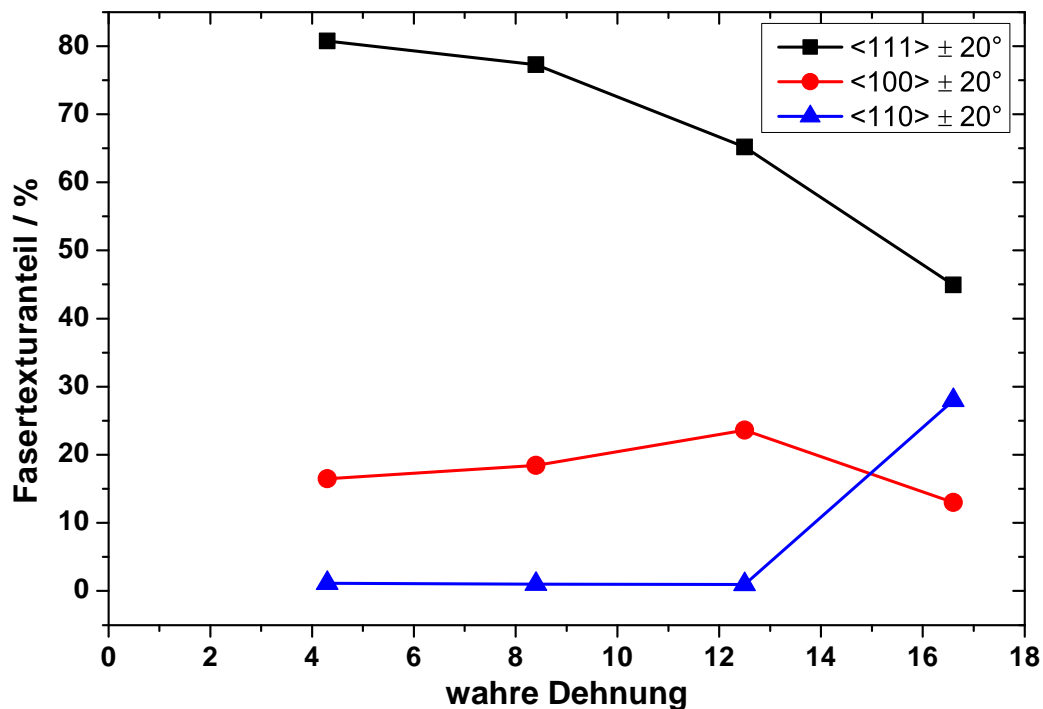
Berücksichtigt man nur Großwinkelkorngrenzen (GWKG) ab  $15^\circ$  Misorientierung (Abb. 4.16b), so wird für den Verbund 2TiAlO arithmetisch eine Al-Korngröße von ca.  $0,6 \mu\text{m}$  berechnet. Dieselben Daten ergeben bei Wichtung der Einzelkorndurchmesser mit der jeweiligen Kornfläche eine mittlere Korngröße von über  $15 \mu\text{m}$ . Der letzte Wert ist also ca. 25 Mal höher als der erste, obwohl identische Daten zugrunde liegen. Das ist ein Zeichen dafür, dass das Gefüge inhomogen ist. Die Abb. 4.14a und 4.15a können das qualitativ bestätigen. Dieser Faktor zwischen  $d_1$  und  $d_2$  charakterisiert die Inhomogenität des Gefüges und ist bei einem Korngrenzenwinkel ab  $3^\circ$  deutlich kleiner (ca. 3). Das bedeutet, dass bereits nach geringer Umformung Körner mit großer Misorientierung zu ihren Nachbarn eine inhomogenere Korngrößenverteilung aufweisen als Körner mit vorrangig Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG). Diese Beobachtung ist ein eindeutiges Zeichen dafür, dass die Kornfragmentierung durch Subkornbildung abläuft. Die durch zufällige und geometrisch notwendige Versetzungen gebildete Subkornstruktur mit KWKG bildet sich innerhalb von großen Körnern mit GWKG. Mit fortschreitender Dehnung vergrößert sich die Misorientierung vieler KWKG zu GWKG, während die Misorientierung der ursprünglichen Körner ebenfalls wächst. Auf diese Weise entstehen viele kleine und wenige große Körner mit GWKG, während die Körner mit KWKG bedingt durch ihre Entstehung überall in etwa die gleiche Größe haben.

Mit zunehmendem Umformgrad reduzieren sich sowohl alle mittleren Korngrößen für GWKG als auch die für KWKG (Verlauf aller Datensätze in Abb. 4.16a und b). Dabei fällt auf, dass sowohl die Standardabweichungen der Einzelmesswerte mit dem Umformgrad abnehmen als auch die Differenz zwischen  $d_1$  und  $d_2$  sinkt. Das Gefüge und damit die Korngrößenverteilung wird somit homogener. Die Korngrößen beider Kornkriterien zeigen eine Sättigung (in a) bei 220 nm, bei b) um 340 nm) an. Die minimal (durch bloße Umformung) erreichbare Korngröße von Körnern mit GWKG bzw. KWKG und GWKG strebt also in etwa demselben Sättigungswert entgegen. Das bedeutet außerdem, dass der Anteil an GWKG im Verlauf der Umformung zunehmen muss, da immer mehr KWKG durch weiteren Einbau von Versetzungen in GWKG umgewandelt werden.

Abbildung 4.17 zeigt den Anteil an GWKG am Gefüge und kann diese Hypothese eindeutig bestätigen. Die Daten der Proben der Al-Fließkurve sind als offene Symbole zusätzlich dargestellt, da sie den Verlauf bei geringen Dehnungen zeigen. Zu Beginn der Umformung steigt der Anteil an GWKG zunächst stark an und geht dann in einen nahezu linearen Verlauf über. Aufgrund der häufig im Vergleich zum ge-



**Abbildung 4.17** Anteil an Großwinkelkorngrenzen ( $>15^\circ$ ) an der Gesamtlänge aller Korngrenzen.

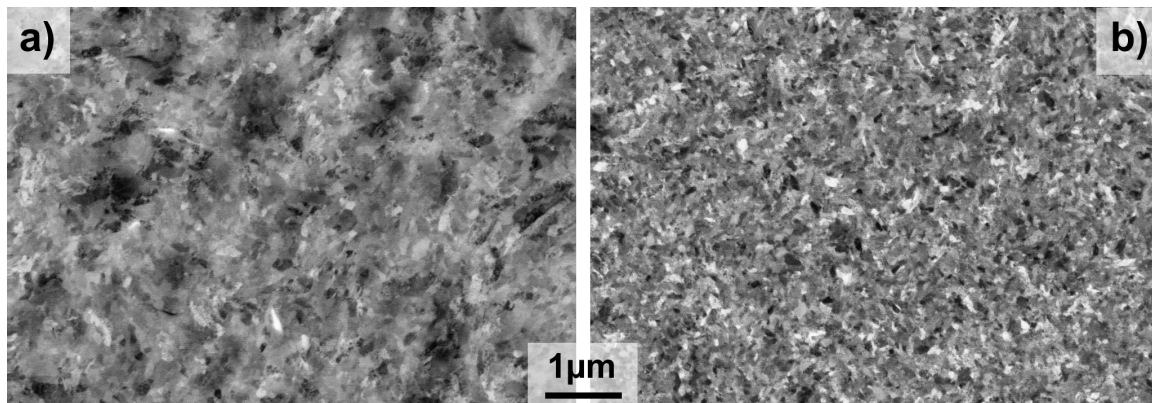


**Abbildung 4.18** Anteile der Texturkomponenten  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  und  $\langle 110 \rangle$  je inkl.  $\pm^\circ$  am Gesamtgefüge. Fehlende Anteile zu 100% werden durch die genannte Definition nicht erfasst.

samten Probenquerschnitt geringen EBSD-Kartengröße ist die Streuung der Werte jedoch groß. Der starke Anstieg bei niedrigen Umformgraden resultiert daraus, dass nach Beginn der Umformung enorm viele KWKG entstehen. Der Anteil an GWKG ist dementsprechend gering, steigt aber durch die mit der Dehnung zunehmende Umwandlung von KWKG in GWKG rasch an. Sobald ein Gleichgewicht zwischen Neubildung von KWKG und der Bildung von GWKG erreicht ist, ändert sich die Zunahme des Anteils an GWKG nicht mehr und steigt daher ab ca.  $\rho = 4 - 5$  wie beobachtet linear mit der wahren Dehnung an.

Als letzter Punkt ist die lokale Texturentwicklung der hochumgeformten Al-Phase von Interesse. Abbildung 4.18 zeigt die Entwicklung der Haupttexturkomponenten in Abhängigkeit der wahren Dehnung. Dabei werden alle Orientierungen einer Komponente zugerechnet, die bis zu  $20^\circ$  Abweichung von der Idealorientierung zeigen. Dabei kann es zwischen  $\langle 110 \rangle$  und  $\langle 111 \rangle$  zu Doppelzählungen kommen, während andere Bereiche des Standarddreiecks durch diese Definition gar nicht erfasst werden. Daraus resultiert auch der Anteil, der in der Summe zu 100% fehlt.

Die Fasertexturkomponenten  $\langle 100 \rangle$  und  $\langle 111 \rangle$  dominieren wie erwartet das Gefüge. Der Anteil der  $\langle 111 \rangle$  Texturkomponente geht jedoch kontinuierlich zurück, zugunsten von  $\langle 100 \rangle$  und bei den höchsten Umformgraden sogar  $\langle 110 \rangle$ . Diese unerwartete Texturkomponente tritt so in der Regel bei axialsymmetrischen Umform-



**Abbildung 4.19** Rückstreuелеktronenaufnahmen von a) Titanhülle nach Umformung bis  $\rho = 4,3$  und b) bis  $\rho = 8,4$ .

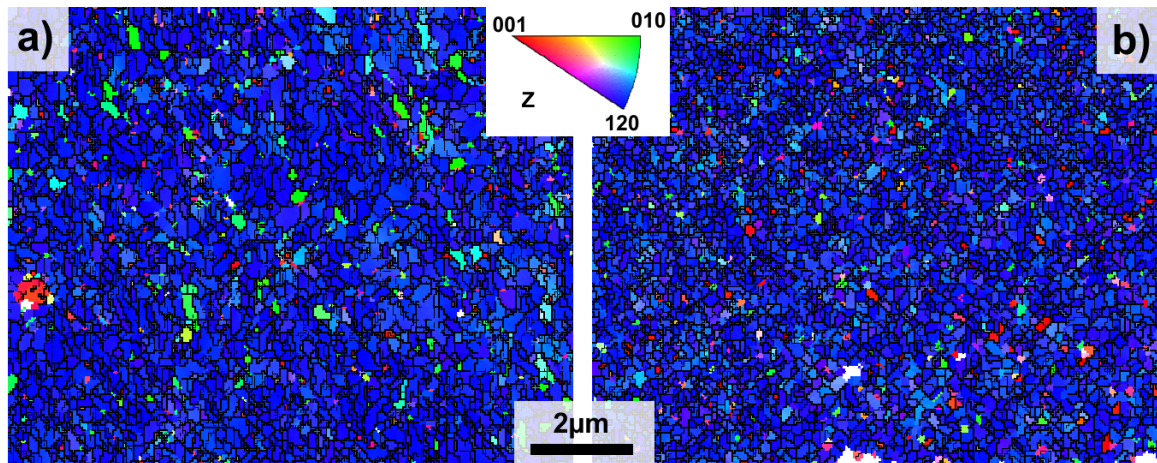
verfahren für kfz Metalle nicht auf. Im Laufe der Untersuchungen konnte beobachtet werden, dass diese Komponente vermehrt in der Nähe zur Phasengrenze Ti-Al auftritt, was jedoch nicht systematisch untersucht wurde. Da die EBSD-Messungen in allen Verbunden jeweils in der Mitte der Verbunde bzw. Filamente und weit weg von Phasengrenzen durchgeführt wurden, tritt diese Komponente auch dort praktisch nicht auf. Lediglich in  $2\text{TiAl}_3$  zeigt sich ein relativ großer Anteil, da hier aufgrund der Filamentgröße alle Bereiche der Filamente mit erfasst wurden. Die Messungen sind deshalb nicht direkt vergleichbar. In den Globaltexturen ist die  $\langle 110 \rangle$  Komponente aufgrund ihres geringen Anteils am Gesamtgefüge kaum nachweisbar. Im Verbund mit dem höchsten Anteil  $\langle 110 \rangle$  ( $2\text{TiAl}_3$ ) ist der Gesamtaluminiumanteil bereits so gering, dass die  $\langle 100 \rangle$  und  $\langle 111 \rangle$  Komponenten selbst nur sehr schwach sichtbar sind.

#### 4.8.2. Titan Grade 1

Das Ausgangsgefüge des Titans der Hüllrohre ist gekennzeichnet durch uniaxiale, grobe Körner (ca.  $100\ \mu\text{m}$  Korngröße). Es fragmentiert deutlich schneller und homogener durch die aufgezwungene Umformung, als das beim Aluminium der Fall ist. So erreicht die Titanhülle nach dem ersten Herstellungszyklus bereits eine Korngröße deutlich unter  $1\ \mu\text{m}$  (Abb. 4.19a). Außerdem ist die Korngrößenverteilung deutlich homogener, denn wie Abb. 4.19 und 4.20 erkennen lassen, sind alle Körner in etwa gleich groß. Bereits nach Durchlaufen einer wahren Dehnung von 8,4 ist das Gefüge praktisch homogen und am unteren Skalenende für ultrafeinkörnige Werkstoffe angekommen.

Vermutlich sind dafür die im Vergleich zur Al-Phase niedrigere homologe Temperatur (und damit geringere Möglichkeit zur dynamischen Erholung) während der Umformung, die Kristallstruktur in Kombination mit im Vergleich erschwelter Versetzungsbeweglichkeit, die im Titan vorhandene Möglichkeit zur mechanischen





**Abbildung 4.20** EBSD-Karten von Titan grade 1 im Querschnitt der Verbunddrähte nach a)  $\rho = 4,3$  und b)  $\rho = 8,4$

Zwillingsbildung, sowie das Auftreten lediglich einer Texturkomponente im Titan<sup>4</sup> verantwortlich.

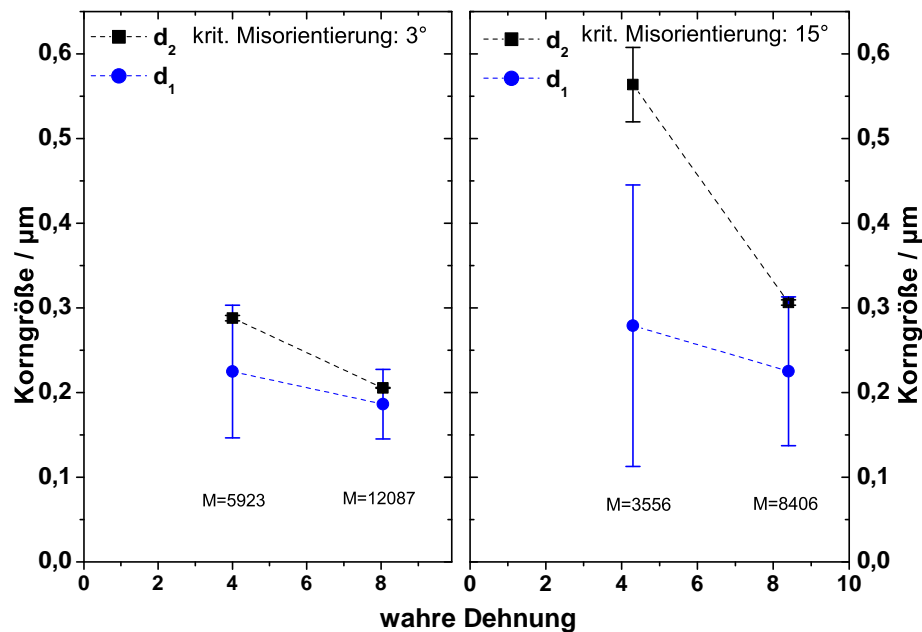
Zumindest wird deutlich, dass sich im verwendeten Titan die Defektdichte mit der Umformung deutlich stärker erhöht, als das in der Al-Phase der Fall ist. Das spiegelt sich u.a. auch in den höheren Verfestigungsexponenten nach Ludwik und Hollomon (vgl. Tab. 4.1) wider. Das bedeutet jedoch auch, dass eine Auswertung mittels EBSD mit zunehmender Umformung nicht nur durch die immer aufwändigere Präparation, sondern zusätzlich durch defektbedingt schlechtere EBSD-Pattern erschwert wird. Aus diesem Grund und aus den in Kap. 3 genannten war es nicht möglich, EBSD-Karten von höher als  $\rho = 8,4$  umgeformten Titanbereichen zu erstellen, die noch sinnvoll ausgewertet werden konnten. Ähnliche Arbeiten an bei Raumtemperatur verformten Reintitanwerkstoffen haben auch bei anderen Gruppen zu großen Problemen bei der EBSD-Auswertung durch schlechte Indizierung geführt [76, 77].

Die Abb. 4.20 zeigt zwei EBSD-Karten von Titan grade 1 im Querschnitt nach  $\rho = 4,3$  (links) und  $\rho = 8,4$  (rechts) in inverser Polfigurdarstellung. Das Gefüge aus der vorangegangenen Abbildung wird sehr gut reproduziert, was die EBSD-Daten zumindest indirekt validiert. Die Korngröße ist in beiden Fällen deutlich kleiner als  $1\text{ }\mu\text{m}$ . Die Körner sind nicht gestreckt, sondern wie das Ausgangsgefüge relativ gleichförmig. Dazu zeigt sich eine starke  $\langle 120 \rangle$  (bzw.  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ ) Fasertexturkomponente, die auch schon in der Globaltextur in Abb. 4.13 nachgewiesen wurde<sup>5</sup>. Bei

<sup>4</sup>Damit gibt es keine für Versetzungsgleiten bevorzugte Texturkomponente, sondern der gesamte Querschnitt trägt gleichartig durch Gleitung und Verzwillingung zur Umformung bei.

<sup>5</sup>Achtung: Die Polfiguren der Globaltexturmessung zeigen die  $\{100\}$  Polfigur. Senkrecht auf diesen Ebenen stehen nicht die  $\langle 100 \rangle$ , sondern die  $\langle 120 \rangle$  Richtungen aufgrund des  $120^\circ$  Winkels zwischen den Basisvektoren der hexagonalen Einheitszelle. Diese sind den  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  Richtungen in Miller-Bravais Notation äquivalent.





**Abbildung 4.21** Korngrößenentwicklung mit der Umformung in Titan grade 1 nach hoher Dehnung von a)  $\rho = 4, 3$  und b)  $\rho = 8, 4$ .  $d_1$  und  $d_2$  bestimmt nach Gl. 4.1 und 4.2.

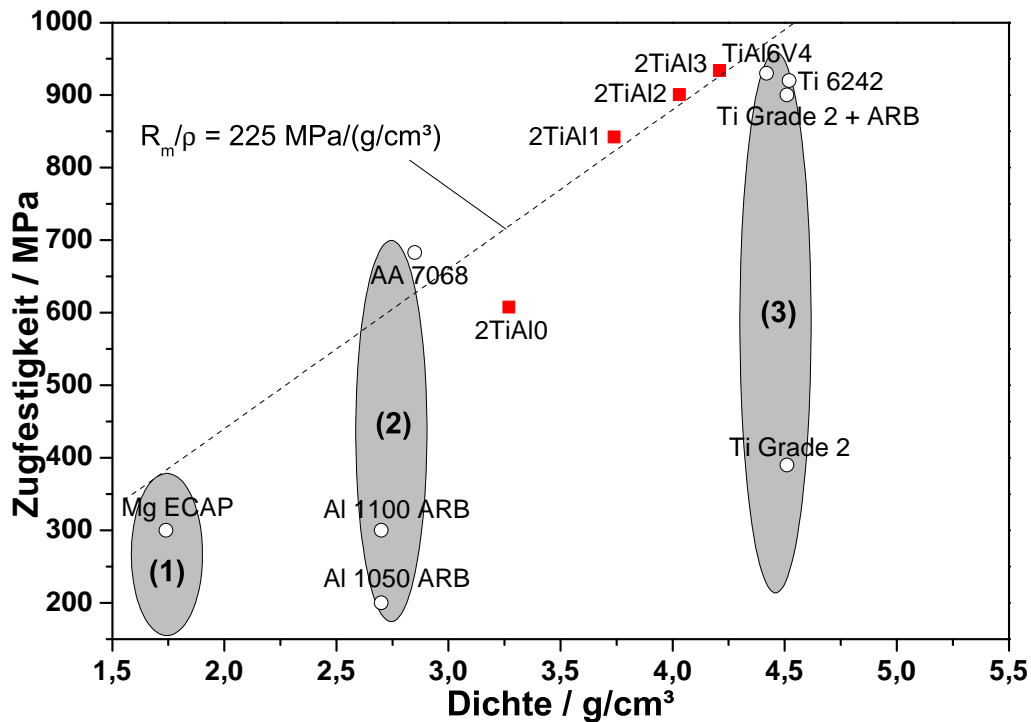
den grünen und roten „Ausreißern“ kann trotz aller Sorgfalt bei der Datenaufbereitung nicht ausgeschlossen werden, dass es sich um Fehllindizierungen handelt.

Es wird deutlich, dass das Gefüge deutlich homogener verfeinert als das des Aluminiums und, bezogen auf die Umformung, auch viel früher. Die Korngrößenanalyse in Abb. 4.21 veranschaulicht das zusätzlich. Während die beiden zur Gefügeb Beschreibung genutzten Mittelwerte  $d_1$  und  $d_2$  im Falle des Aluminiums im ersten Verbund um den Faktor 3 bzw. 25 auseinander lagen, beträgt der Unterschied im Titangefüge lediglich 1,5 (KWKG+GWKG) bzw. 2 (GWKG).

Die Korngröße sättigt für die gewählten Umformparameter im Bereich von 200 nm. Die Kornfragmentierung erfolgt durch Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen und Verzwillingung, wie es schon mehrfach beschrieben wurde [96, 97, 98, 99]. Damit eignet sich technisch reines Titan durch seine gute Raumtemperaturduktilität sowie die starke Kornfragmentierung hervorragend für eine Festigkeitserhöhung durch SPD-Methoden.

## 4.9. Einordnung der Ergebnisse

Vergleicht man die Festigkeiten der Verbunddrähte mit konventionellen Leichtmetalllegierungsklassen oder auch SPD-prozessierten Werkstoffen, so fällt auf, dass diese in vielen Fällen vergleichbaren Werkstoffen überlegen sind. In Abb. 4.22 sind die Zugfestigkeiten verschiedener Werkstoffklassen in Abhängigkeit ihrer Massen-



**Abbildung 4.22** Einordnung der Festigkeiten der Drähte aus dieser Arbeit bezogen auf deren Massendichte im Vergleich mit kommerziellen (1) Magnesiumlegierungen, (2) Al-Legierungen und (3)  $\alpha$ -Titanlegierungen. Einige konventionelle sowie SPD-prozessierte Werkstoffe sind hervorgehoben.

dichte dargestellt. Die mögliche Variationsbreite der Mg-, Al- und Titanlegierungen sind durch graue Hinterlegungen angedeutet.

Die Verbunddrähte 2TiAl1, 2TiAl2 und 2TiAl3 erreichen spezifische Zugfestigkeiten oberhalb von  $225 \text{ MPa} \cdot \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  und können damit durchaus mit der hochfesten Aluminiumlegierung 7068 konkurrieren. Die kommerziell am häufigsten verwendete Titanlegierung TiAl6V4 hat nach DIN 17862 eine Zugfestigkeit von 930 MPa. Dieser Wert wird vom Verbund 2TiAl3 leicht übertroffen, bei geringerer Dichte.

Das kommerziell reine Titan Grade 2 erreicht nach sieben ARB Zyklen eine Festigkeit von 900 MPa [100]. Der Verbund 2TiAl2 erreicht den selben Wert, jedoch mit um 11 % verringerter Dichte.

Die Verbunde können also im Sinne der spezifischen Festigkeit nicht nur mit kommerziellen Legierungen konkurrieren, sie sind Ihnen zum Teil sogar überlegen.

## 4.10. Modellierung der Verbundfließspannung

Die Fließspannung ist eine der wichtigsten mechanischen Kenngrößen eines Werkstoffes. Gerade bei der Entwicklung neuer Werkstoffe ist sie von besonderer Be-

deutung. Ist man in der Lage die Fließspannung anhand einfach zu prüfender Kenngrößen und deren Zusammenhänge vorauszusagen, kann die zielgerichtete Werkstoffentwicklung wesentlich beschleunigt werden.

Bereits für eine große Zahl von Werkstoffen konnte ein linearer Zusammenhang zwischen Werkstoffhärte und Fließspannung nachgewiesen werden [101, 102]. Dieser Zusammenhang besteht besonders für kaltverfestigte, ultra-feinkörnige oder sogar nanokristalline Werkstoffe [103]. Der genaue Zusammenhang richtet sich ausschließlich nach den Prüfbedingungen der Härte (wie z. B. Prüfkörperform, Eindringtiefe oder -kraft, etc.).

Da alle in dieser Arbeit durchgeführten Nanohärtemessungen, auf die sich dieses Kapitel bezieht, unter ein und denselben Bedingungen durchgeführt wurden, sollte auch hier eine Linearität zwischen Härte und Fließspannung gelten. In Abb. 4.23 sind deshalb die Mittelwerte der Härte der verschiedenen Phasen und Zustände zusätzlich zu den bereits diskutierten Fließkurven und deren Extrapolationen gezeigt.

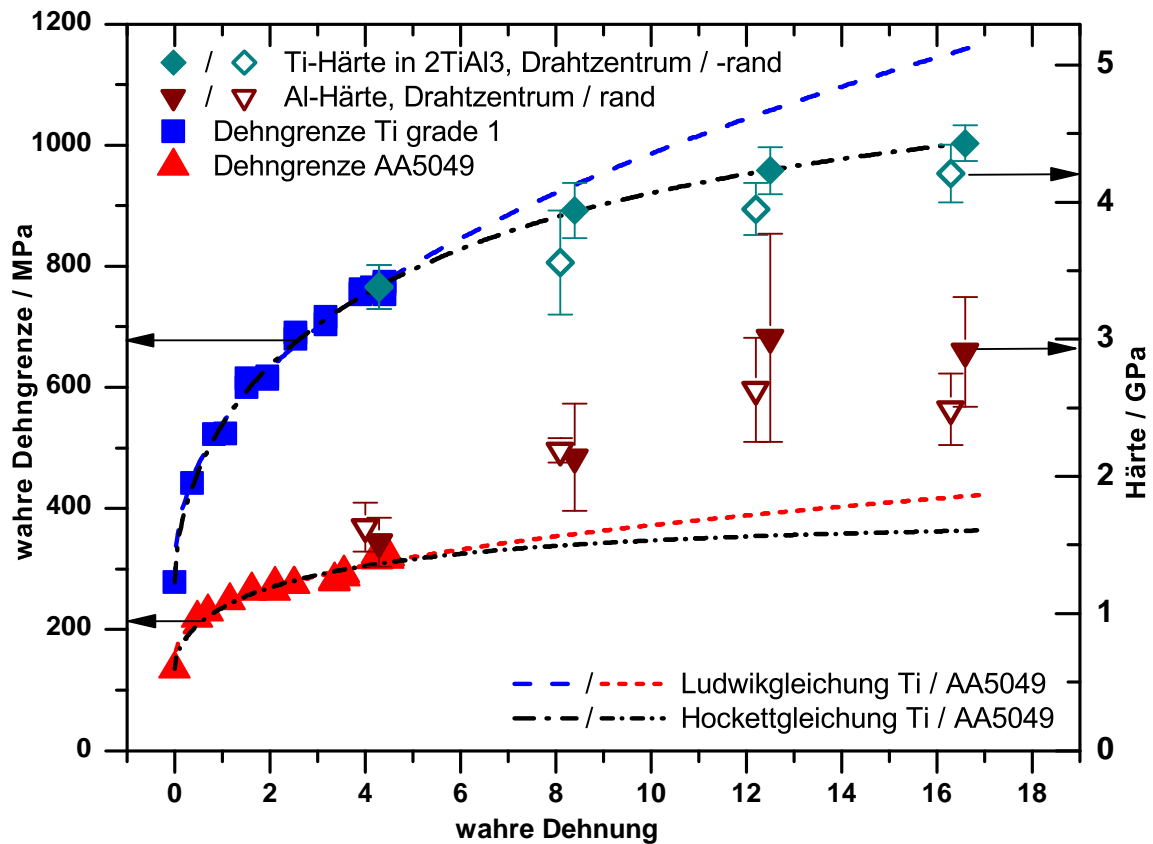
Die türkisfarbenen ausgefüllten Karosymbole zeigen die Härte der zu unterschiedlichen Umformgraden gehörenden Titanteile in Drahtachsennähe des 2TiAl3 Verbundes. Die nicht gefüllten Symbole repräsentieren die selben Bereiche, jedoch in der Nähe des Drahtrandes. Der Übersichtlichkeit halber sind sie im Diagramm manuell um 0,3 auf der Abszisse hin zu kleineren Werten verschoben. Sie gehören aber zu derselben plastischen Dehnung wie die ausgefüllten Symbole. Die Fehlerbalken entsprechen den Standardabweichungen der Mittelwerte der Datenpunkte.

Es zeigt sich, dass die gemessenen Härtewerte der Titanstege in der Drahtmitte exakt dem Verlauf der bereits besprochenen Hockettgleichung folgen. Das ist genau die Region, in der keine zusätzlichen Scherkräfte während des Rundknetens auftreten, die Umformung also auch bis zu den höchsten Umformgraden besonders homogen verläuft. Diese Titanstege sind zudem unbeeinflusst von Grenzflächenefekten (Abb. 4.4b), sodass angenommen wird, dass die starke Korrelation zwischen gemessener Härte und extrapolierte Fließspannung die Bestimmung des Linearitätsfaktors zwischen beiden erlaubt. Zusätzlich ist die Korrelation ein Indiz für die Gültigkeit der Hockettgleichung in diesem Fall (auf den Härteunterschied zwischen Rand- und Kernbereichen der Drähte wird an dieser Stelle kein Wert gelegt). Wie schon in Abschnitt 4.3 dargelegt sind die Ursachen dafür vielfältig aber aller Wahrscheinlichkeit nach systematischer Natur.

Nimmt man also an, dass die Härte  $H_N$  und die Dehngrenze  $R_{p0,2}$  über einen Faktor  $k$  in Beziehung stehen:

$$H_N = k R_{p0,2} \quad (4.3)$$

ergibt sich  $k = 4,425$ , wenn die vier Datenpunkte des Titans genutzt werden (türkisfarbene Karosymbole). Die Titanhärte der Verbunde 2TiAl1 und 2TiAl2 folgt ebenfalls genau diesem Zusammenhang, die Punkte sind jedoch der Übersichtlichkeit halber nicht eingetragen.



**Abbildung 4.23** Kombinierte Darstellung der Daten aus Abb. 4.3 und Abb. 4.4a. Datenpunkte mit Fehlerbalken gehören zur rechten Achse.

Tabor bestimmt diesen Linearitätsfaktor zu 2,8 [104, 105]. Viele weitere Arbeiten ergeben häufig Werte um  $k = 3$  [101, 103, 102]. Der in dieser Arbeit bestimmte Wert ist also vergleichsweise groß. Allerdings war die während der Härtmessungen genutzte Dehnrates aus Zeitgründen mit  $0,05 \text{ s}^{-1}$  ca. zwei Größenordnungen höher als diejenige für die Zugversuche. Idealerweise müssen Dehnrates für Härte- und Dehngrenzenbestimmung jedoch identisch sein. Die gemessene Härte entspricht also eigentlich Dehngrenzen höherer Dehnrates, und kann demnach überschätzt sein. In Gleichung 4.3 würde sich aufgrund dieses Effektes der  $k$ -Faktor erhöhen. Darüber hinaus führen die hier verwendeten sehr kleinen Härteeindrücke aufgrund des Indentierungsgrößeneffektes zu im Vergleich zu Makrohärtemessungen höheren Härtewerten und damit auch zu höheren  $k$ -Faktoren als in der Literatur [104, 105, 101, 103, 102] beschrieben.

Die genannten Messeinflüsse erklären den hier gefundenen hohen  $k$ -Wert sehr gut. Sie sind jedoch nicht in der Lage, die grundsätzliche Linearität zwischen Härte und Dehngrenze aufzulösen.

Die dunkelroten Dreiecksymbole in Abb. 4.23 zeigen den Härteverlauf der Al-Bereiche in allen Verbunden. Anders als das Titan folgt die Al-Härte nicht dem Verlauf der Hockettgleichung, sondern erreicht eine deutlich höhere Härte. Lediglich das am wenigstens verformte Aluminium im Verbund 2TiAlO liegt annähernd im erwarteten Bereich. Da bis auf das Vorhandensein der Phasengrenzen in den Verbunden keine deutlichen Unterschiede zu den Reinmaterialien bestehen, liegt die Vermutung nahe, dass diese Grenzen die Al-Härte in irgendeiner Art zusätzlich zur reinen Dehnung beeinflussen.

Übereinstimmend mit den Messdaten wäre damit der Al-Kern in 2TiAlO davon am wenigsten betroffen, denn dort gibt es nur eine Phasengrenze. Weit weg von dieser wird deshalb fast die erwartete Härte gemessen. Im Verbund 2TiAl1 ( $\rho = 8,4$ ) steigt die Härte bereits auf mehr als 2 GPa, sogar an den am weitesten von Phasengrenzen entfernten Bereichen. Das ist deutlich mehr als erwartet und deshalb muss hier bereits ein deutlicher, zusätzlicher Härteeinfluss neben der dehnungsinduzierten Kaltverfestigung existieren. Es ist denkbar, dass die Erhöhung durch die bereits erwähnten Eigenspannungen zustande kommt. Zur Grundhärte und den gefüge-dominierten Einflüssen kann eine überlagerte Druckeigenspannung die Härte so insgesamt zu höheren Werten verschieben.

Da die Al-Härte in 2TiAl2 und 2TiAl3 ( $\rho = 12,5$  und  $16,6$ ) durch den Grenzflächeneffekt überlagert wird (vgl. Abb. 4.8), sind die Messwerte hier nicht direkt mit den zuvor diskutierten vergleichbar.

Nimmt man nun an, der oben erhaltene Wert für  $k$  von 4,425 ist korrekt und gilt für alle Verbundkomponenten, wird das folgende Gedankenexperiment möglich:

Aufgrund des filamentären Aufbaus der Verbunde setzt sich die Dehngrenze eines jeden Verbundes zusammen aus der Summe der Dehngrenzen all seiner Teile. Die lokalen Dehngrenzen erhält man aus Gleichung 4.3 und dem ermittelten  $k$ -Wert. Die Dehngrenze eines jeden Verbundteils wird entsprechend seinem Volumen- bzw. Flächenanteil am Gesamtverbund gewichtet (Tab. 4.2). Diese Vorgehensweise bedeutet, dass alle Verbundteile bei 0,2 % plastischer Dehnung einen Teil der äußeren Last gemäß ihrer Dehngrenze aufnehmen. Dass diese Annahme gerechtfertigt ist, zeigt die Betrachtung der Bruchflächen in Abschnitt 4.6.

Die Härte und damit auch die Dehngrenze der Verbunde ist vom Rand zur Mitte hin in den verschiedenen Verbunden unterschiedlich. Diesem Effekt wird über eine Mittelung Rechnung getragen. So wird die gleiche Rechnung einmal mit der Härte in Randnähe und einmal mit der Härte im Drahtinnern durchgeführt und aus beiden resultierenden hypothetischen Verbunddehngrenzen das arithmetische Mittel gebildet. Der so erhaltene Wert kann nun mit den im Zugversuch ermittelten Dehngrenzen (aus Abb. 4.3) verglichen werden. Der Vergleich von Rechen- und Messwerten ist in Tab. 4.3 wiedergegeben.

Die berechneten Dehngrenzen in der Tabelle zeigen hervorragende Übereinstimmung mit den gemessenen Werten, besonders wenn man den starken Grenzflächeneffekt in 2TiAl1 berücksichtigt (in Klammern). Dabei wird dem Al-Bereich bis 70  $\mu\text{m}$  vor einer Grenzfläche eine im Mittel um 18 % erhöhte Härte zugeordnet.

**Tabelle 4.3** Gemessene Verbunddehngrenze  $R_{p0,2}$  (Mittelwert zweier Messungen) verglichen mit den aufgrund von Härtemessungen berechneten Werten,  $R_{p0,2}^*$ . Die Unsicherheiten  $\Delta R_{p0,2}$  und  $\Delta R_{p0,2}^*$  wurden im Rahmen einer Fehleranalyse in Anhang A bestimmt.

	$R_{p0,2}$	$\Delta R_{p0,2}$	$R_{p0,2}^*$	$\Delta R_{p0,2}^*$
	alle in MPa			
2TiAl0	548	4	537	26
2TiAl1	736	5	689 (715)	24 (25)
2TiAl2	781	5	782	29
2TiAl3	816	6	811	27

Eine detaillierte Fehleranalyse zu den in der Tabelle angegebenen Unsicherheiten findet sich in Anhang A. Obwohl die Fehlerbalken in Abb. 4.23 größere Unsicherheiten erwarten ließen, belaufen sich die wahrscheinlichsten Unsicherheiten gemäß dem Gaußschen Fehlerfortpflanzungsgesetz in einer vertretbaren Spanne von bis zu 30 MPa.

Diese gute Übereinstimmung kann theoretisch auch zufällig entstanden sein. Sie erreicht aber in allen vier unterschiedlichen Verbunden eine sehr gute Übereinstimmung mit dem Experiment, nicht nur mit dem Verbund 2TiAl3, aus dessen Titanbestandteilen der  $k$ -Faktor bestimmt wurde. Von diesem Standpunkt aus betrachtet bestätigt das Gedankenexperiment die diesem implizit zugrunde liegenden Annahmen: (i) Die Hockettgleichung beschreibt das Fließverhalten von Titan Grade 1 bis zur wahren Dehnung von 17 über die bestimmten Parameter, (ii) es gibt eine lineare Korrelation zwischen Härte und Dehngrenze, und diese ist für beide Phasen identisch, sowie (iii) die Dehngrenzen der Verbunde setzen sich zusammen aus den Dehngrenzen der Einzelteile gemäß ihren Flächenanteilen am Gesamtverbund.

Während Annahme (i) und (ii) bereits ausführlich diskutiert wurden, scheint Annahme (iii) nur möglich, wenn plastisches Fließen in jedem Teil des Verbundes zur gleichen Zeit (bzw. bei der gleichen äußeren Last) einsetzt. Auf den ersten Blick erscheint diese Annahme nicht sinnvoll, denn Ti und Al besitzen nicht nur unterschiedliche Dehngrenzen, sondern auch verschiedene E-Moduln. Eine äußere Last auf einen Verbund aus beiden muss unweigerlich *eine* der beiden Komponenten vor der anderen zum Fließen bringen.

Tatsächlich ist das jedoch nicht der Fall. Die Herstellung der Drähte muss bei dieser Überlegung berücksichtigt werden, denn dabei werden sämtliche Teile der Drähte bereits simultan umgeformt. Das bedeutet, dass nach einer gewissen Mindestdehnung zu Beginn der Umformung alle beteiligten Phasen zeitgleich plastisch fließen müssen. Nach der Umformung entlasten die Drähte elastisch und es stellt sich, wie bereits diskutiert, ein charakteristischer Eigenspannungszustand des Verbundes ein.

Wird der Verbund bspw. im Zugversuch erneut belastet, erreichen alle Verbundkomponenten ihre Fließspannung wieder bei der selben äußeren Last und nicht nacheinander. Die Diskussion der Bruchflächen in Abschnitt 4.6 bestätigt diese Annahme ebenfalls in weiten Teilen. Die Tatsache, dass im Zugversuch ein näherungsweise einachsiger Spannungszustand auftritt, bei der Drahtherstellung jedoch ein mehrachsiger, lässt sicherlich geringe Abweichungen von diesem Verhalten zu, trotzdem scheint Annahme (iii) des Gedankenexperiments prinzipiell ebenfalls gerechtfertigt.



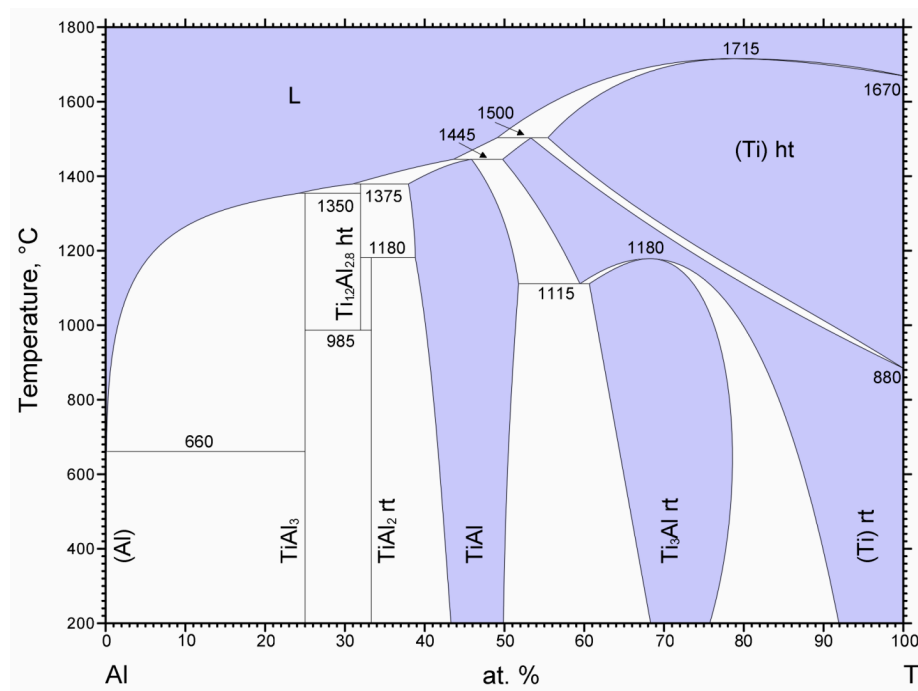


## 5. Potential jenseits des Leichtbaus

Neben der besonderen Eignung der vorgestellten hochfesten Verbundwerkstoffe als strukturelles Leichtbauelement eröffnen sich aufgrund der inneren Anordnung der Einzelphasen einige interessante zusätzliche Anwendungsmöglichkeiten.

### 5.1. Herstellung von Titanaluminiddrähten

Die Titanaluminide gehören zu den Hochtemperaturwerkstoffen. Durch die Neigung zur Bildung von Ordnungsstrukturen aufgrund der ausgeprägten Wechselwirkung zwischen Titan und Aluminium existieren in diesem binären System mehrere stöchiometrische intermetallische Titanaluminidphasen.



**Abbildung 5.1** Zustandsdiagramm des Systems Titan - Aluminium (106)

Das binäre Ti-Al Zustandsdiagramm in Abb. 5.1 [106] zeigt u. a. die Phasen Ti<sub>3</sub>Al, γ-TiAl, TiAl<sub>2</sub> und TiAl<sub>3</sub>. Tabelle 5.1 gibt eine Übersicht über deren wichtigste Eigenschaften und Strukturen. Ihre hohen Schmelzpunkte machen diese Materialien für Hochtemperaturanwendungen interessant.

**Tabelle 5.1** Übersicht zu verschiedenen intermetallischen Phasen im System Ti-Al,  $T_S$  - Schmelztemperatur

Phase	Strukturtyp	Raumgruppe	Dichte / $\text{g/cm}^3$	$T_S$ / $^\circ\text{C}$ [106]	Referenz
$\text{Ti}_3\text{Al}$	$\text{Mg}_3\text{Cd}$	$\text{P6}_3/\text{mmc}$	4,22	1180 <sup>a</sup>	[107]
$\text{TiAl}$	$\text{CuAu}$	$\text{P4}/\text{mmm}$	3,82	1445	[108]
$\text{TiAl}_2$	$\text{HfGa}_2$	$\text{I4}_1/\text{amd}$	3,53	1375	[109]
$\text{TiAl}_3$	$\text{TiAl}_3$	$\text{I4}/\text{mmm}$	3.36	1350	[110]

<sup>a</sup> Oberhalb davon ist die Struktur instabil und schmilzt bei ca. 1700°C

Die sich bildenden Überstrukturen gehen mit deutlich längeren Burgersvektoren als in den Reinmetallen einher. Die Energie einer Versetzung steigt damit rasch an, genau wie die Peierls-Spannung [111], die für deren Bewegung notwendig ist. Aus diesem Grund verhalten sich diese Materialien bei Raumtemperatur sehr spröde und sind praktisch nicht umformbar. Für  $\gamma$ -TiAl liegt bspw. der spröde-duktil-Übergang bei ca. 700° [6]. Eine wirtschaftliche Umformung kann also nur oberhalb davon erfolgen, oder der Werkstoff muss endkonturnah durch Guss o. ä. gefertigt werden<sup>1</sup>.

Eine Drahtfertigung über konventionelle Methoden ist daher nur unter enormem fertigungstechnischen Aufwand möglich. Die vorliegende Arbeit bietet jedoch eine mögliche Lösung dieser Problematik. Denn mit der vorgeschlagenen Herstellungsrouten lässt sich theoretisch ein Draht mit in weiten Teilen freier Geometrie und Stöchiometrie herstellen. Die Stöchiometrie wird durch die Ausgangsgeometrie und die zum Einstapeln genutzten Drähte und evtl. eingesetzte Hilfshalbzeuge bestimmt. Die Geometrie lässt sich über die eingesetzten Werkzeuge praktisch beliebig einstellen.

Titan und Aluminium sind sehr reaktionsfreudig und können sowohl durch geeignete Wärmebehandlungen [112, 113], als auch durch die pulvermetallurgische Herstellungsrouten in deren intermetallische Phasen umgebildet werden [114]. Auch hochverformte Ti-Al Bleche wurden auf diese Art bereits in Titanaluminide umgewandelt [78, 79, 51, 80]. Die Reaktion verläuft exotherm, so dass sie sich u. U. selbst erhalten und man die Reaktion großflächig zum Schweißen nutzen kann [115].

Damit stellt sich die Frage, ob es möglich ist, über das beschriebene Umformverfahren und eine Wärmebehandlung einen Draht, bestehend aus einer oder auch mehreren Titanaluminiden, herzustellen. Um die Frage hinreichend zu beantworten, wurde für eine Experimentreihe die Geometrie der Ausgangswerkstoffe so angepasst, dass nach Erreichen des zweiten Schrittes gemäß Abb. 3.1, also nach zweimaligem Einstapeln ein Verhältnis der Atomsorten Titan zu Aluminium von annähernd 1 : 1 besteht. Die Rechnungen sind in Tabelle 5.2 ausgeführt. Der Al-Teil des Verbundes

<sup>1</sup>was ebenfalls mit erheblichen Schwierigkeiten verbunden ist, da hohe Schmelzpunkte und eine sehr reaktive Schmelze zusammen kommen und der spröde-duktil Übergang Probleme bereitet.

besteht jedoch wiederum aus der Al-Legierung AA 5049, die durch ihre Festigkeit und das gute Umformverhalten deutlich besser als Reinaluminium für die Verbundherstellung geeignet ist. In der Berechnung wird das Hauptlegierungselement Mg dem Al zugerechnet, alle weiteren Legierungselemente oder Verunreinigungen vernachlässigt.

Zwei Gründe sprechen für die Überführung genau dieses Ausgangsverbundes in einen Titanaluminiddraht. Erstens sind durch das zweimalige Einstapeln die Ausgangsphasen bereits sehr fein im Verbund verteilt - mögliche Diffusionswege und damit die Wärmebehandlungsdauer fallen kurz aus. Zweitens liegen durch die sehr hohe eingebrachte Umformung sämtliche Gitterfehler im Nichtgleichgewicht vor, was ebenfalls die Diffusion beschleunigt. Eine zweistufige Wärmebehandlung sollte in der Lage sein, den Verbund vollständig in eine oder mehrere Titanaluminidphasen umzuwandeln.

Durch das im Vergleich zu der in Kapitel 3.1 verwendeten Titanhülle dünneren Außenhülle und dem dadurch größeren Kernanteil verläuft die Umformung schwieriger, als es mit einem dickeren Hüllrohr der Fall ist. Teilweise bricht der Verbund schon vor Erreichen des Zieldurchmessers von 2,8 mm auf. Vermutlich sind Inhomogenitäten des tieflochgebohrten Hüllrohrs die Ursache. Es wird jedoch genügend verwendbares Material erhalten, um die Schritte 1 und 2 durchzuführen. Der erhaltene Draht wird mit 3TiAl2-2,8 bezeichnet.

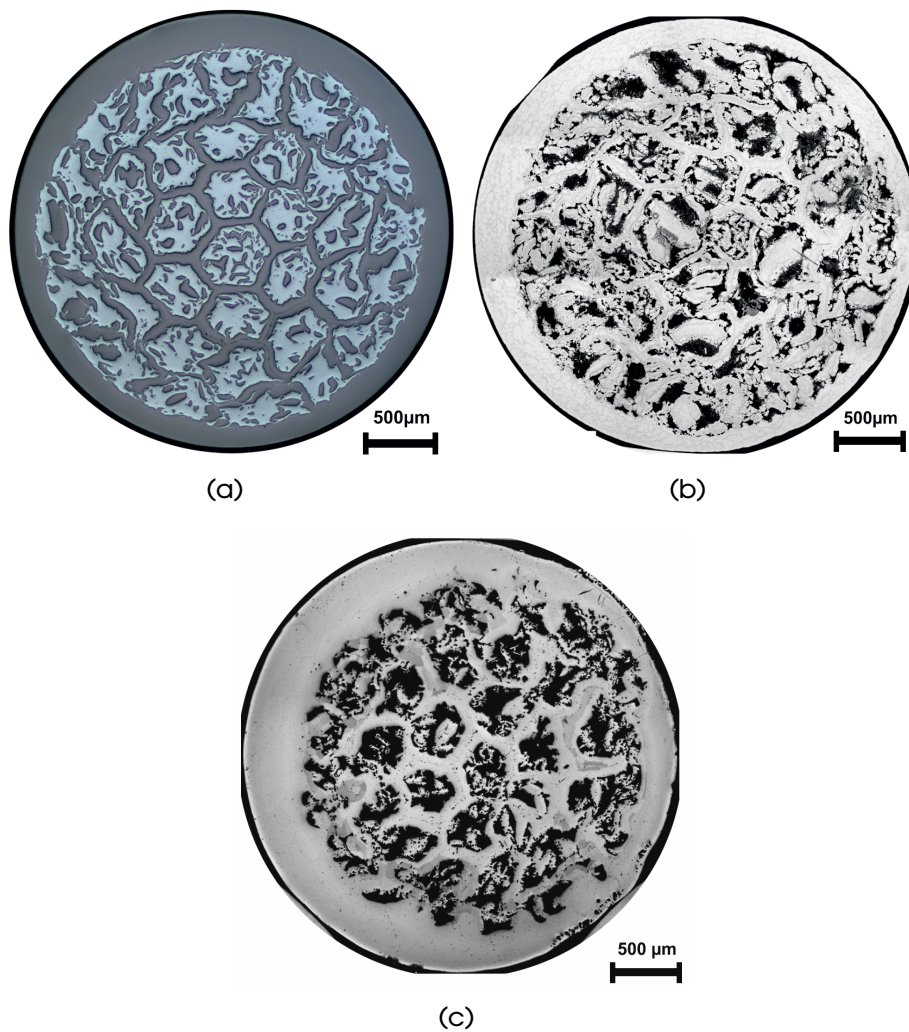
Die folgenden Wärmebehandlungen sollen in einem ersten Schritt bei niedriger Temperatur zunächst dafür sorgen, dass sämtliches Aluminium unterhalb dessen Schmelztemperatur intermediär in eine Al-reiche Titanaluminidphase umgesetzt wird und in einem zweiten Hochtemperaturschritt die gewünschte Endzusammensetzung der Titanaluminide erreicht wird. Die zugehörigen Drahtquerschnitte nach jeder Wärmebehandlung sind in Abb. 5.2 gezeigt.

Vor den Behandlungen sind Al und Ti im Querschnitt inhomogen verteilt. Die ursprünglichen (kleinsten) Filamente sind durch die starke Verformung während der Herstellung aufgebrochen. Die Diffusionswege für die anschließenden Wärmebehandlungen sollten jedoch trotzdem kurz genug sein, um in endlicher Zeit den gesamten Drahtquerschnitt wie beabsichtigt umzuwandeln. Der Draht wird von einer Titanhülle zusammengehalten, was bedeutet, dass die längsten Diffusionswege im Drahtaußenbereich auftreten.

Darüber hinaus wird die angestrebte Stöchiometrie von 50:50 at% Ti:Al nicht ganz erreicht. Tabelle 5.3 zeigt an, dass die Dichte des hergestellten Verbundes mit  $3,72 \text{ g cm}^{-3}$  den in Tab. 5.2 angestrebten Wert ( $3,63 \text{ g cm}^{-3}$ ) übersteigt. Die Ursache liegt in der starken Verbundinhomogenität, die zu Beginn der Herstellung dafür sorgt, dass etwas Al an den Verbundenden nach außen gedrückt wird. Damit verschiebt sich das Verhältnis zugunsten von Ti, was die höhere gemessene Dichte erklärt.

**Tabelle 5.2** Berechnung der Geometrien und Zusammensetzung für die Bildung eines  $\gamma$ -TiAl-Drahtes. Für die Berechnung werden Massendichte und Atomgewichte gemäß Tab. 2.1 verwendet. Der Zielwert von annähernd 50 at% Titan und Aluminium wird nahezu erreicht. Das Hauptlegierungselement Mg in der Vorlegierung AA 5049 wird vernachlässigt bzw. als Al angesehen.

		3TiAl0	3TiAl1	3TiAl2
Hülle	L / mm	200	200	200
	$D_a$ / mm	24	24	24
	$D_i$ / mm	22	22	22
	Material	Ti	Ti	Ti
	V / cm <sup>3</sup>	14,5	14,5	14,5
	m / g	65,0	65,0	65,0
Kern	Anzahl	1	37	37
	$D_a$ / mm	21,5	2,8	2,8
	Material	AA5049	3TiAl0	3TiAl1
	V / cm <sup>3</sup>	72,6	45,6	45,6
	m / g	196,0	136,6	153,1
Masse / g	Gesamt	261,1	201,7	218,1
	davon Ti	65,0	99,1	140,2
	davon Al	196,0	102,6	77,9
Massenanteil	Titan / m%	24,9	49,1	64,3
	Aluminium / m%	75,1	50,9	35,7
Atomanteil	Titan / at%	15,7	35,2	<b>50,3</b>
	Al / at%	84,3	64,8	<b>49,7</b>
Dichte g/cm <sup>3</sup>	Verbunddraht	3,00	3,36	3,63



**Abbildung 5.2** Lichtmikroskopische Aufnahmen der Drahtquerschnitte: a) vor Wärmebehandlung (dunkel: Ti, hell: Al), (b) nach 12 h bei 580° C (dunkel: Poren, hell: Ti + TiAl<sub>3</sub>) und (c) Draht (b) mit zusätzlicher Hochtemperaturwärmebehandlung bei 1300° C (dunkel: Poren, hell: Ti<sub>3</sub>Al + γ-TiAl).

### 5.1.1. Niedertemperaturbehandlung

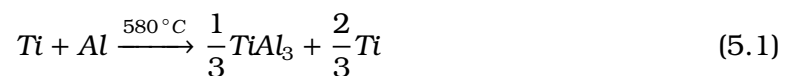
Durch eine Niedertemperaturbehandlung wird verhindert, dass das niedrig schmelzende Al verflüssigt und den Verbund sprengt oder in größeren Mengen abdampft. Aus diesem Grund werden Beginn, Kinetik und Abschluss dieser Reaktion über Widerstandsmessungen von isothermen Wärmebehandlungen unterhalb des Al-Schmelzpunktes untersucht. Um auch die Soliduslinie der verwendeten Al-Legierung nicht zu überschreiten, geschieht dies bei Temperaturen von  $T = 540^\circ\text{C}$ ,  $560^\circ\text{C}$ ,  $580^\circ\text{C}$  und  $600^\circ\text{C}$ . Die Behandlungszeiten werden manuell so angepasst, dass die ablaufende Reaktion in allen Fällen abgeschlossen wird.

#### Drahtaufbau nach Niedertemperaturwärmebehandlungen

Abbildung 5.2b zeigt den makroskopischen Drahtaufbau nach einer solchen Niedertemperaturwärmebehandlung. REM Detailaufnahmen sind in Abb. 5.3 gezeigt. Nach sämtlichen Wärmebehandlungen ist ein zweiphasiges Gefüge auszumachen (helle Phase: Titan, dunkle Phase:  $\text{TiAl}_3$ )<sup>2</sup>. Ein Temperatureinfluss auf das Gefüge ist kaum zu erkennen. Lediglich die verbleibenden Titanstege erscheinen mit höherer Temperatur etwas schmaler. In keinem Fall wird jedoch nicht umgesetztes Restaluminium gefunden.

Auffällig sind die zusätzlich entstehenden Hohlräume (schwarz). Entstehende Porosität in der Ti-Al Phasenreaktion wird häufig dem unterschiedlichen molaren Volumen der Ausgangs- und Endprodukte zugeschrieben, sowie dem Kirkendalleffekt [116]. Der Unterschied des molaren Volumens von Ti ( $10,64 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$ ) und Al ( $10,00 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$ ) gewichtet mit ihrem atomaren Verhältnis beträgt 5,8 %, verglichen mit  $\text{TiAl}_3$  ( $9,57 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$ ).

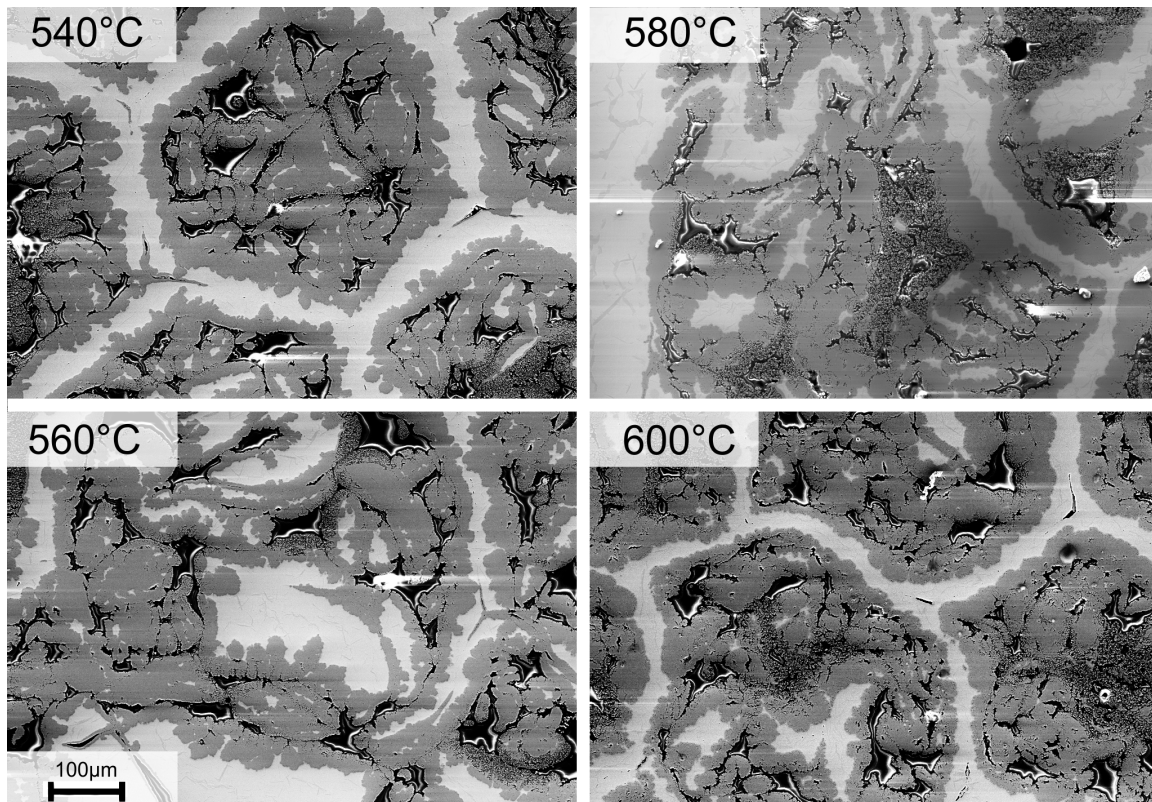
Da das atomare Verhältnis der beiden Elemente im gesamten Drahtverbund zudem weit entfernt von 1:3 liegt, nimmt auch nicht das gesamte Material an der Phasenreaktion teil. Wie Gl. 5.1 zeigt, existiert bei ausgeglichener Eduktstoffmenge von Ti und Al nach der Reaktion einiges an Überschusstitan:



Poren, die aufgrund der unterschiedlichen molaren Volumina entstehen, sollten deshalb weit weniger als 5,8 % der Querschnittsfläche ausmachen. Tatsächlich bestimmt sich die Porosität im Querschnitt zu 11,8 %. Tabelle 5.3 listet die geometrischen Daten sowie die Massendichte der Drähte vor und nach den verschiedenen Wärmebehandlungen auf.

Die hohe Porosität von nahezu 12 % bedeutet, dass noch andere Aspekte als der Unterschied in den molaren Volumina für die Porenbildung bestimmend sind. Eine Möglichkeit dafür ist der Kirkendalleffekt, der zweifellos im Ti-Al Diffusionssystem

<sup>2</sup>Diese Aussage soll im Folgenden verifiziert werden. Sie wird zudem durch die zugehörigen BSE Aufnahmen und die entsprechenden EDX Spektren im Anhang (siehe Abb. B.1) gestützt.



**Abbildung 5.3** Nachweis der vollständigen Gefügeneubildung nach der Wärmebehandlung. Die SE-Aufnahmen zeigen Hohlräume (schwarz), Titan (hell),  $\text{TiAl}_3$  (dunkel) und kein Restaluminium mehr.

eine wichtige Rolle spielt. So findet man nach der Wärmebehandlung laut Tab. 5.3 einen Anstieg des Drahtdurchmessers von  $2789 \pm 5 \mu\text{m}$  auf  $2966 \pm 10 \mu\text{m}$ . Da kein Material hinzu kommt, muss der Durchmesseranstieg eine Porosität nach sich ziehen. Diese entspricht dem Unterschied der beiden Querschnittsflächen vor und nach der Durchmesseränderung. Diese Porosität beträgt hier 11,5 % und korreliert damit mit der beobachteten.

Der Anstieg des Drahtdurchmessers ist hauptsächlich die Folge einer starken Diffusion von Al in Ti. Im Widerspruch dazu befinden sich einige Arbeiten in der Literatur, in denen das Titan in diesem Diffusionspaar schneller in das Al diffundiert als umgekehrt [79, 117]. Widerum im Kontrast dazu zeigen frühere Arbeiten von van Loo et al. [118], dass die einzige Spezies, die in diesem Diffusionspaar unterhalb von  $660^\circ\text{C}$  aktiv ist, Al ist.

Der hier beobachtete Anstieg des Drahtdurchmessers kann nur die Folge eines effektiven Materialtransportes vom Drahtinneren (aluminiumreich) in Richtung der Drahthülle (titanreich) sein, denn dieser Transport vergrößert die Umfangslinie des Drahtes und somit auch dessen Durchmesser. In einer sehr frühen Phase der Pha-

**Tabelle 5.3** Vergleich der über Lichtmikroskopie und archimedische Dichtemessung bestimmten Porositätsdaten der 3TiAl<sub>2</sub> Drähte, sowie deren berechnete und gemessene Massendichte.

	wie hergestellt	580° C 116 h	580° / 1300° C 12 h
Drahtdurchmesser / $\mu\text{m}$	2789 $\pm$ 5	2966 $\pm$ 10	2965 $\pm$ 9
Poros., Lichtmikroskop / %	0,0	11,8	17,8
Massendichte, gem. / $\text{g cm}^{-3}$	3,72 $\pm$ 0,02	3,46 $\pm$ 0,02	3,21 $\pm$ 0,02
Massendichte, ber. / $\text{g cm}^{-3}$	3,71 <sup>a</sup>	3,93	3,90
Porosität der Dichte / %	-0,2	11,5	16,9

<sup>a</sup>Berechnung berücksichtigt den niedrigeren Al Anteil im realen Verbund

senbildung oder bei höherer Temperatur mag sich dieses Verhalten durchaus ändern, unter den gesetzten Bedingungen jedoch ist dies nicht der Fall.

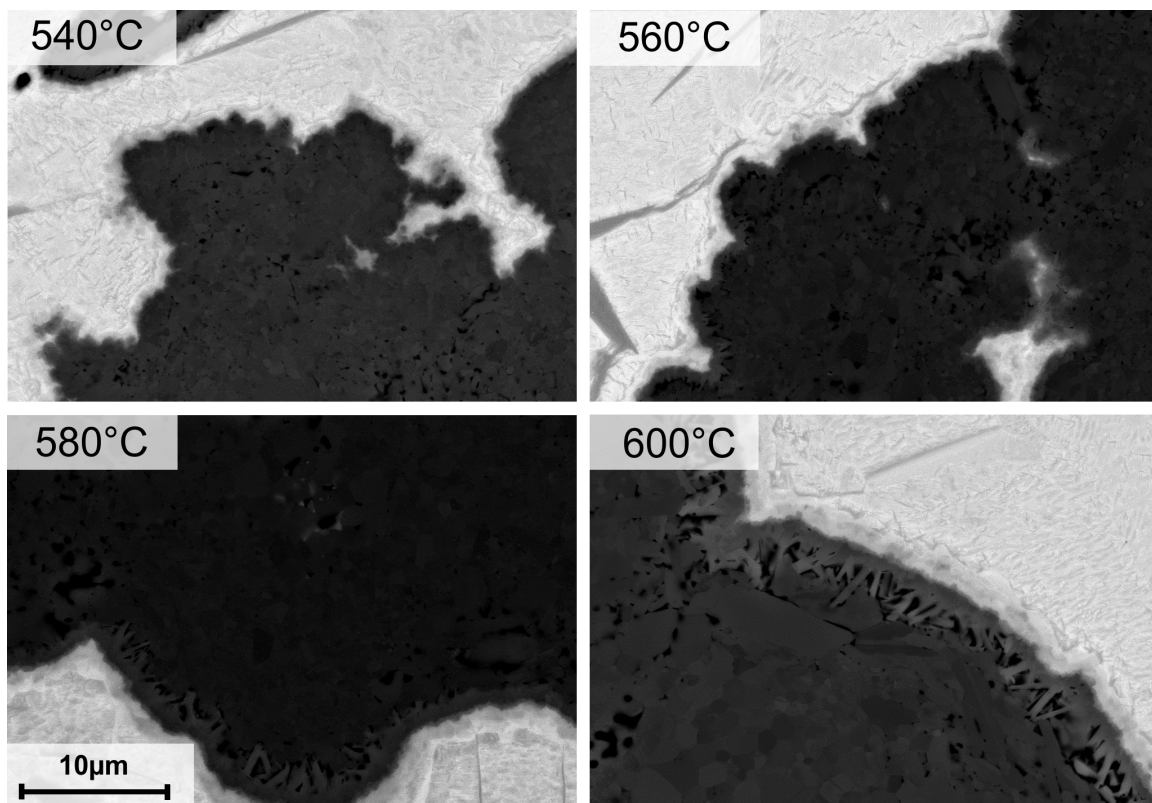
Zurück zum Drahtgefüge (Abb. 5.3): Während das Gefüge vor den Wärmebehandlungen nur aus Ti und Al zusammengesetzt ist, ändert sich dies danach komplett. Wie die Abbildung zeigt, ist dann kein Al mehr nachweisbar. Es hat vollständig mit Ti (hell) zu TiAl<sub>3</sub> reagiert. Überschüssiges Ti bleibt an vielen Stellen als Stege zurück, die vollständig von TiAl<sub>3</sub> umschlossen sind. Die Form der Phasengrenze zwischen Ti und TiAl<sub>3</sub> ändert sich mit der Temperatur, wie Abb. 5.4 zeigt. Bei niedriger Temperatur ist sie eher gezackt, während sie bei höherer Temperatur zunehmend glatt wird. Dieser Gestaltwechsel der Phasengrenzen deutet einen Wechsel bei der Phasenbildungskinetik an. Der Übergang von grenzflächen- zu volumendominierter Diffusion ist eine mögliche Erklärung für diese Beobachtung.

Zusätzlich fällt auf, dass sich eine an der Phasengrenze befindliche dritte Phase einstellt und sich mit steigender Temperatur stärker ausprägt. Sie ist trotzdem noch zu dünn, um verlässlich mittels EDX quantifiziert zu werden. Die röntgenographische Analyse in Abb. 5.5 wird aber zeigen, dass es sich dabei um Ti<sub>3</sub>Al oder TiAl<sub>2</sub> handelt. Ebenfalls im Vorgriff auf die noch folgende Diskussion lässt der weitere Anstieg des spezifischen elektrischen Widerstandes nach Abschluss der Phasenreaktion (schwarzer Pfeil in Abb. 5.6b) den Schluss zu, dass nach Abschluss der TiAl<sub>3</sub>-Bildung eine weitere aber deutlich langsamere Phasenreaktion einsetzt. Dabei könnte es sich um die gezeigte Drittphase handeln, die an den Ti/TiAl<sub>3</sub> Phasengrenzen zu wachsen beginnt.

### Phasenanalyse

Die Röntgenbeugungsdiagramme in Abb. 5.5 zeigen zwei Ausschnitte im Bereich  $35^\circ < 2\theta < 58^\circ$  und  $68^\circ < 2\theta < 102^\circ$  eines Drahtes nach der Herstellung, nach einer Niedertemperatur- und einer Nieder- und Hochtemperaturwärmebehandlung.

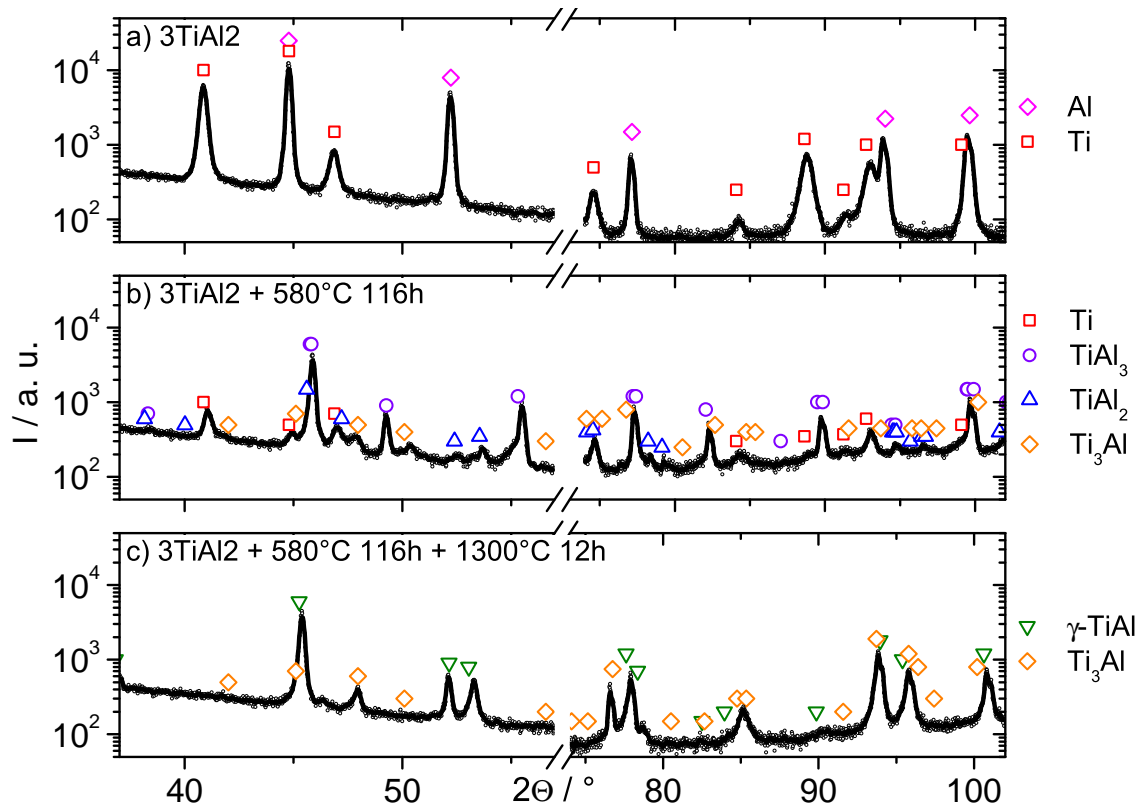




**Abbildung 5.4** Grenzflächen zwischen Ti und  $\text{TiAl}_3$  im Rückstreuелектроненконтраст. Hell: Ti, dunkel:  $\text{TiAl}_3$  mit dazwischen befindlicher unbestimmter Drittphase.

Nach der Herstellung sind in beiden Winkelbereichen lediglich Ti- und Al-Reflexe zu erkennen. Nach der Wärmebehandlung bei  $580^\circ\text{C}$  findet sich hauptsächlich  $\text{TiAl}_3$  und Ti. Zusätzlich können geringe Mengen an  $\text{Ti}_3\text{Al}$  sowie  $\text{TiAl}_2$  nachgewiesen werden. Sie sind vermutlich an den Ti/ $\text{TiAl}_3$  Phasengrenzen entstanden. Rest-Al kann durch die vielen Überlagerungen nicht vollständig ausgeschlossen werden, jedoch sind die starken Al Reflexe bei ca.  $52^\circ$  und  $92^\circ$  nach der Wärmebehandlung nicht mehr nachweisbar.

Nach der Hochtemperaturwärmebehandlung besteht der Draht ausschließlich aus  $\gamma\text{-TiAl}$  und  $\text{Ti}_3\text{Al}$ . Letzteres ist jedoch der Tatsache geschuldet, dass die tatsächlich über das Umformverfahren erreichte Stöchiometrie von 50:50 at% abweicht. Die Möglichkeit der Herstellung eines  $\gamma\text{-TiAl}$  Drahtes auf diesem Wege ist damit jedoch prinzipiell nachgewiesen. Mehr noch: Durch die räumliche Anordnung der Verbundkomponenten lassen sich auf diesem Weg ganz gezielt neuartige Gradientenwerkstoffe herstellen. Zum Beispiel ist es auf diesem Weg denkbar einen Draht herzustellen, der bei hohen Temperaturen und korrosiven Umgebungsbedingungen eingesetzt werden soll. Ein solcher Draht könnte für diesen Einsatz mit der sehr oxidationsbeständigen  $\text{TiAl}_3$ -Phase an der Drahtoberfläche ausgestattet sein, während im Innern die festere  $\gamma\text{-TiAl}$  Phase für Festigkeit sorgt.



**Abbildung 5.5** Röntgenbeugungsdiagramme von a) 3TiAl<sub>2</sub>, b) 3TiAl<sub>2</sub> nach einer Niedertemperaturwärmebehandlung und c) 3TiAl<sub>2</sub> nach einer Nieder- und Hochtemperaturwärmebehandlung.

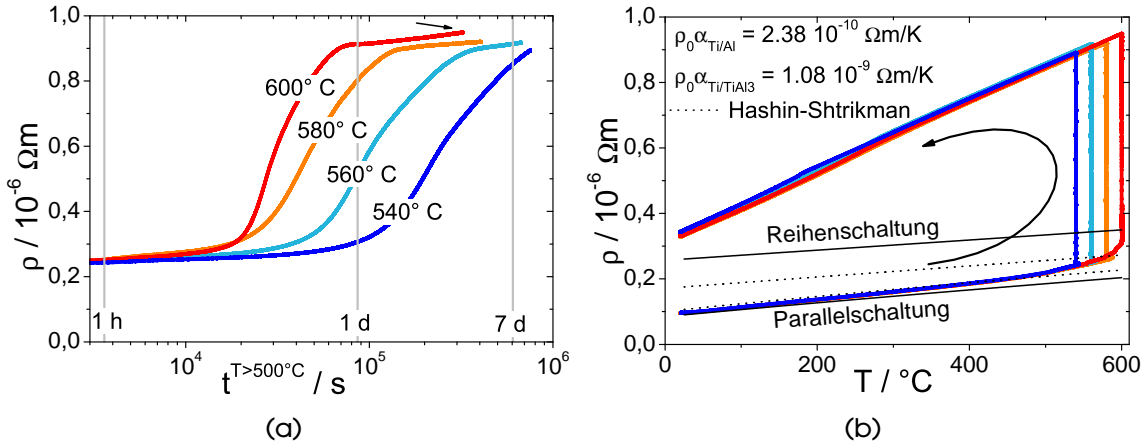
### Kinetik der Phasenreaktion

Zur Untersuchung der Kinetik der Phasenreaktion werden Drahtproben auf Temperaturen zwischen 540° C und 600° C erhitzt und der elektrische Widerstand wird bei konstantem Stromdurchfluss isotherm gemessen. In Abb. 5.6 sind die Ergebnisse anhand des spezifischen elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit der Glühdauer und der Temperatur dargestellt.

Die Aufheizphase ist zweigeteilt. Zunächst steigt die Temperatur mit 2 K/min bis auf 500° C, anschließend mit 1 K/min bis auf die jeweiligen Isothermen. Damit wird ein zu starkes Übersteuern der Haltetemperatur vermieden. Bis ca. 500° C steigt der Probenwiderstand annähernd linear mit der Temperatur an (Abb. 5.6b). Der Anstieg beträgt ca.  $2,4 \cdot 10^{-10} \Omega \text{ m/K}$  und soll zunächst weiter untersucht werden.

Nach Matthiessen kann das Temperaturverhalten des elektrischen Widerstands eines einphasigen Werkstoffs approximiert werden zu:

$$\rho(T) = \rho_0 + \rho_0 a \Delta T \quad (5.2)$$



**Abbildung 5.6** Temperatur- und Zeitverhalten des spezifischen elektrischen Widerstands von 3TiAl<sub>2</sub>-2,8 Drähten. Die Daten in a) sind um den linearen thermischen Widerstandsanstieg bereinigt. b) Unterschiedlicher Temperaturkoeffizient des spezifischen elektrischen Widerstandes vor und nach der Haltephase deutet auf eine Phasenreaktion hin.

Im betrachteten Fall liegen jedoch zwei Werkstoffe nebeneinander vor. Diese können im Extremfall parallel oder seriell zueinander angeordnet sein. Demnach ergibt sich der Widerstand des Verbundes  $\rho_v(T)$  aus dem der Einzelkomponenten  $\rho_1(T)$  und  $\rho_2(T)$  und dem Volumenanteil der ersten Phase  $v$  zu:

$$\text{seriell} \quad \rho_{v,s}(T) = v\rho_1(T) + (1-v)\rho_2(T) \quad (5.3)$$

$$\text{oder parallel} \quad \rho_{v,p}(T) = \frac{1}{\frac{v}{\rho_1(T)} + \frac{1-v}{\rho_2(T)}} \quad (5.4)$$

Mit den Literaturwerten<sup>3</sup> der Größen  $\rho_i$  und  $\rho_{0,i}a_i$  ergibt sich der in Abb. 5.6b zusätzlich gezeichnete Verlauf für Reihen- und Parallelschaltung der Komponenten.

Legt man die (engeren) Hashin-Shtrikman-Grenzen [119] für diesen Verbundfall zugrunde (gleichmäßige, isotrope Verteilung von sphärischen Partikeln der Zweitphase in einer Matrixphase), ergeben sich für die oberen und unteren Grenzen in diesem Fall zu:

$$\rho_1^{HS} = \rho_1(T) + \frac{1-v}{\frac{1}{\rho_2(T)-\rho_1(T)} + \frac{v}{3\rho_1(T)}} \quad (5.5)$$

$$\rho_2^{HS} = \rho_2(T) + \frac{v}{\frac{1}{\rho_1(T)-\rho_2(T)} + \frac{1-v}{3\rho_2(T)}}. \quad (5.6)$$

Diese sind gepunktet in Abbildung 5.6b gezeigt. Abbildung 5.3 zeigte, dass die feinsten Filamente während der Drahtherstellung zerstört wurden. Daher kann der Ver-

<sup>3</sup> $\rho_1 = \rho_{0,Ti} = 43 \cdot 10^{-8} \Omega m$ ,  $\rho_2 = \rho_{0,Al} = 4 \cdot 10^{-8} \Omega m$ ,  $\rho_1 a_1 = \rho_{0,Ti} a_{0,Ti} = 1,825 \cdot 10^{-10} \Omega m K^{-1}$  und  $\rho_2 a_2 = \rho_{0,Al} a_{0,Al} = 1,2 \cdot 10^{-10} \Omega m K^{-1}$ ; Daten abgeleitet aus Angaben in [60] und [8],  $v = 0,52$

bund auch als eine Al Matrix mit Ti Partikeln angesehen werden, die sich innerhalb von größeren, parallel angeordneten Ti Filamenten befindet. In dieser Sichtweise ergibt es Sinn, dass der gemessene spezifische elektrische Widerstand in Abb. 5.6b genau zwischen den Grenzen für Parallelschaltung und unterer Hashin-Shtrikman Grenze gefunden wird.

Nach Erreichen der nominalen Temperaturen startet die Phasenreaktion nach einer temperaturabhängigen Inkubationszeit. Dieses Verhalten ist typisch für Phasenübergänge, die über Keimbildung und -wachstum ablaufen. Nach Erreichen dieser Zeit beginnt der Widerstand stark anzusteigen. Nach dem Durchlaufen eines Wendepunktes verlangsamt sich der Anstieg etwas aufgrund der beobachteten Porenbildung. Anschließend sättigt der spezifische elektrische Widerstand im Bereich von  $0,9 \cdot 10^{-6} \Omega \text{m}$ . Der deutlich langsamere, weitere Anstieg des Widerstandes wird der ab hier startenden Bildung von  $\text{TiAl}_2$  und  $\text{Ti}_3\text{Al}$  an der  $\text{Ti}/\text{TiAl}_3$  Phasengrenze zugerechnet. Diese Reaktion startet erst jetzt, denn wie van Loo und Rieck [118] gezeigt haben, ist  $\text{TiAl}_3$  die *einzige* Phase, die sich während der Diffusion von Ti und Al einstellt, solange noch metallisches Aluminium vorhanden ist. Die Ursache dafür liegt in der hohen Diffusionsgeschwindigkeit von Al in  $\text{TiAl}_3$ .

Während der Abkühlung hat sich der Temperaturkoeffizient des spezifischen elektrischen Widerstandes im Vergleich zur Aufheizphase von  $2,38 \cdot 10^{-10} \Omega \text{m/K}$  auf  $1,08 \cdot 10^{-9} \Omega \text{m/K}$  drastisch erhöht, denn der neue Verbund aus Ti und  $\text{TiAl}_3$  bestimmt nun die elektrischen Eigenschaften.

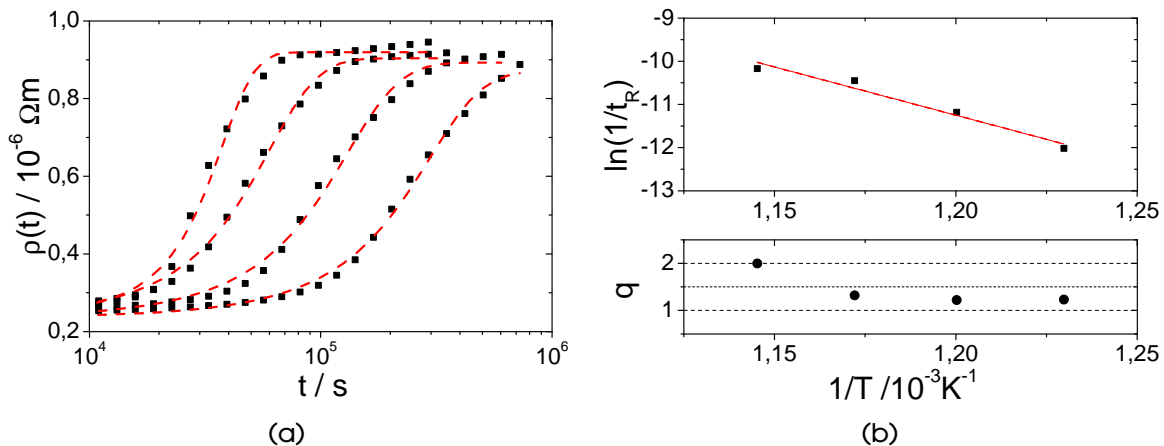
Um die Kinetik der Phasenreaktion zu ergründen, wurde der Verlauf des spezifischen elektrischen Widerstandes mittels der JMAK-Gleichung [120, 121, 122, 123] angenähert. Dieser Zusammenhang hat sich für Prozesse, die über Keimbildung und -wachstum ablaufen, bewährt. Dazu wird der normierte, bereits reagierte Volumenanteil  $v(t)$  (Gleichung 5.7) benutzt, um den zeitabhängigen spezifischen elektrischen Widerstand  $\rho(t)$  (Gl. 5.8) zwischen dem Startwert  $\rho_0$  und dem Sättigungswert  $\rho_1$  zu bestimmen:

$$v(t) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{t}{t_R} \right)^q \right] \quad (5.7)$$

$$\frac{1}{\rho(t)} = \frac{v(t)}{\rho_1} + \frac{1 - v(t)}{\rho_0} \quad (5.8)$$

Dabei wird angenommen, dass die Phasenbildung im Sinne einer Parallelschaltung erfolgt (Gl. 5.8). Die Diskussion zu Abb. 5.6b zeigt, dass diese Annahme gerechtfertigt ist.

Unabhängig davon, dass nicht alle getroffenen Annahmen für die Gültigkeit der JMAK-Gleichung hier erfüllt sein können (konstante Keimbildungsrate und -wachstumsgeschwindigkeit, alle Keimbildungsorte gleich wahrscheinlich), sollen die Parameter  $t_R$  (Zeit, nach der der Volumenanteil  $v(t_R) = 1 - \frac{1}{e}$  umgewandelt ist) und  $q$  (Avrami-Exponent) eine objektive Charakterisierung der Kurvenverläufe ermöglichen. So erhaltene Anpassungskurven der Widerstandsmessungen sind in Abb.



**Abbildung 5.7** Datenaufbereitung mit Gleichung 5.7 und 5.8: a) JMAK Näherung der Messdaten aus Abb. 5.6a mit Messdaten (Datenpunkte), b) Arrheniusdarstellung des JMAK Parameters  $t_R$  sowie die Darstellung des Avramiexponenten auf der gleichen Abszisse.

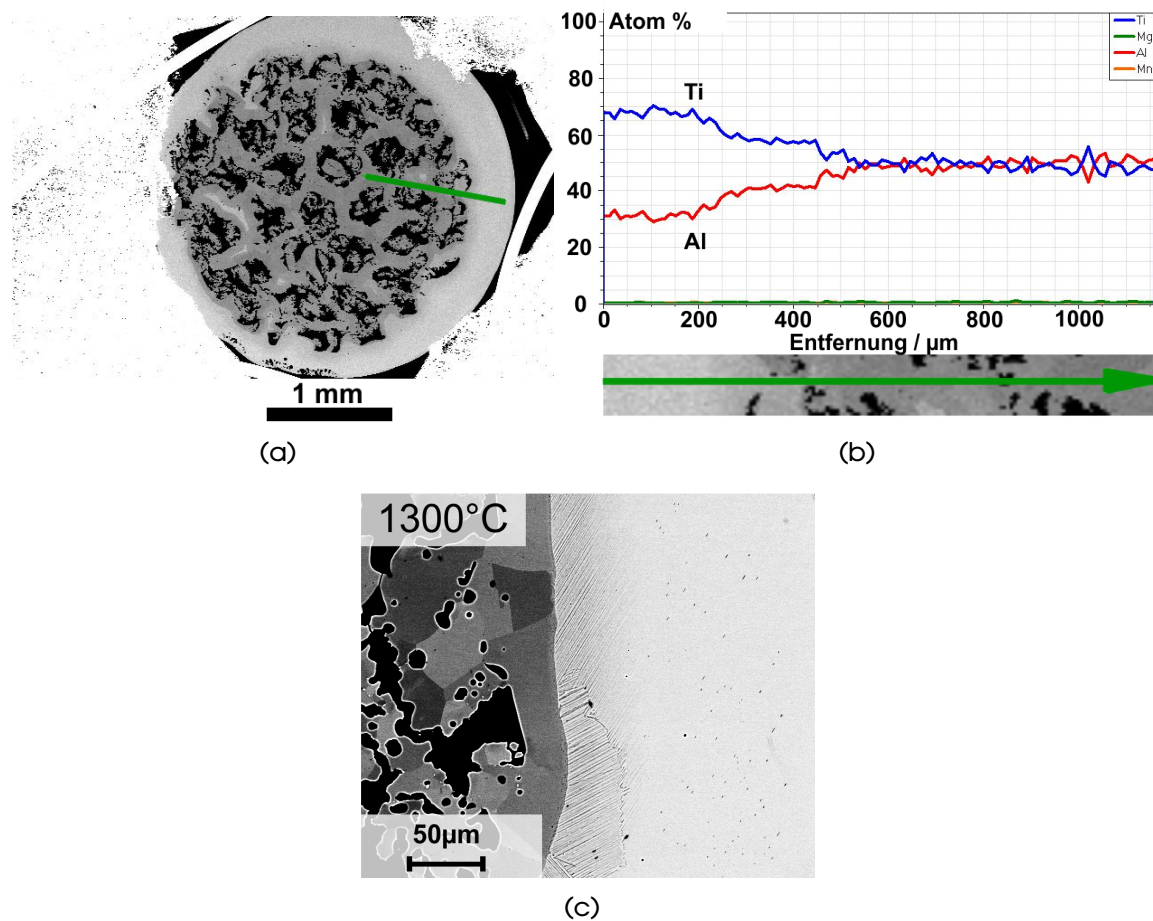
5.7a dargestellt, während die Arrhenius-Auftragung von  $t_R$  in Abb. 5.7b gezeigt ist. Die JMAK-Gleichung nähert die Messdaten erwartungsgemäß sehr gut an.

Der Arrheniusplot für  $t_R$  ergibt eine Gerade. Die zugrunde liegende Reaktion ist also höchstwahrscheinlich ein thermisch aktivierter Vorgang. Der der Phasenreaktion zugrundeliegende Prozess benötigt dem Anstieg der Gerade nach eine Aktivierungsenergie von 1,92 eV. In der Literatur wird die Aktivierungsenergie für die Diffusion von Al in  $\text{TiAl}_3$  mit 1,86 eV angegeben [118]. Aufgrund dieser guten Übereinstimmung wird geschlussfolgert, dass der die Reaktion bestimmende Schritt die Diffusion von Al in  $\text{TiAl}_3$  ist.

Abbildung 5.7b zeigt zusätzlich den Avrami-Exponenten  $q$  als Funktion der Temperatur. Er nimmt Werte nahe 1,0 und 1,5 für Temperaturen bis 580 °C an, während er bei 600 °C auf fast 2 ansteigt. Der Avrami-Exponent ist ein Anzeichen für die Wachstumsdimensionalität, die sich mit der Temperatur zu verändern scheint. Ein Wechsel von grenzflächen- zu volumendominanter Diffusion ist eine mögliche Erklärung dafür. Anhand der Gefügebilder in Abb. 5.4 lässt sich dafür jedoch kein abschließender Beweis finden.

### 5.1.2. Hochtemperaturwärmebehandlung

Abbildung 5.8 zeigt eine Übersichtsaufnahme des Drahtes nach einer der Nieder- temperaturwärmebehandlung angeschlossenen Hochtemperaturwärmebehandlung über 12 h bei 1300 °C sowie eine EDX-Linienanalyse des Drahtquerschnitts. Die Abb. 5.2c und 5.8 zeigen den Drahtquerschnitt nach der finalen Wärmebehandlung. Der Drahtdurchmesser hat sich im Vergleich zur 580 °C Behandlung nicht wesentlich geändert. Lediglich die Anzahl der Poren im Querschnitt ist verringert, während ihre



**Abbildung 5.8** Übersichtsaufnahme a) der Probe 3TiAl2-C1 nach 12 h bei 1300°C. b) EDX-Linienanalyse der in a) gezeigten Linie: Kern:  $\gamma$ -TiAl, Drahtrand:  $\gamma$ -TiAl/Ti<sub>3</sub>Al, c) Vergrößerte Aufnahme des Drahtrandes, Übergang von  $\gamma$ -TiAl zu lamellaren Zweiphasengebiet am Rand.

Größe angewachsen ist (was typisch ist für Ostwaldreifung). Die Gesamtporosität hat sich auf ca. 17% erhöht, da jetzt das gesamte Volumen des Drahtes in Titanaluminide umgewandelt ist (molares Volumen verringert) und die Diffusion in die Drahttrandbereiche weiter fortgeschritten ist.

Das Gefüge im Drahtkern ist einphasig und kann mittels EDX der im Röntgenbeugungsdiagramm nachgewiesenen  $\gamma$ -TiAl-Phase zugeordnet werden. Da im Gesamtverbund vor den Wärmebehandlungen ein Titanüberschuss vorliegt, kann nicht der gesamte Querschnitt umgewandelt werden. Die Draithülle geht daher in ein lamellares Zweiphasengebiet über (Abb. 5.8c), was als zweite Phase  $\text{Ti}_3\text{Al}$  enthält. Durch den steigenden Titangehalt in Richtung Rand werden die Lamellen feiner und letztlich vollständig durch  $\text{Ti}_3\text{Al}$  abgelöst.

Die Messungen belegen, dass auf die vorgestellte Weise die Herstellung von Drahtmaterial aus intermetallischen Verbindungen gelingt. Dieses Verfahren wurde in etwas allgemeinerer Form im Zuge dieser Arbeit bereits zum Patent angemeldet [124]. Mittels dieses Verfahrens ist es denkbar, Schweißdrahtmaterial für das Auftrags- oder Verbindungsschweißen von Hochtemperaturturbinschaufeln zu fertigen. In diesem speziellen Fall (Materialsystem Titan und Aluminium) ist zudem eine Hohlstruktur entstanden. Diese erlaubt bspw. die Nutzung als Titanaluminidwärmerohr. Dem Autor ist bisher kein Herstellungsverfahren bekannt, mit dem Wärmerohre (sog. heat pipes) praktisch ohne Längenbegrenzung aus Titanaluminiden mit Hohlstrukturen im Innern hergestellt werden können, da das Material bei Raumtemperatur sehr spröde ist.

## 5.2. Anwendungen in der Medizintechnik

Bei der Verwendung von Implantatwerkstoffen besteht häufig ein großes Problem im Unterschied der elastischen Eigenschaften von Implantat und Knochen, denn metallische Werkstoffe haben in der Regel einen höheren elastischen Modul als der menschliche Knochen. Das bedeutet im Belastungsfall für ein Implantat, dass hauptsächlich das Implantat, nicht aber der Knochen belastet wird (Lastabschirmungseffekt [125]). Wenn aber der in unmittelbarer Nähe zum Implantat befindliche Knochen nicht mehr beansprucht wird, beginnt er zu degenerieren und das Implantat kann sich wieder lösen. Damit sind Folgeoperationen, erhöhtes Patientenrisiko und Kosten verbunden.

Idealerweise besitzt ein Implantatwerkstoff deshalb den gleichen E-Modul wie der Knochen, den es stabilisiert (ca. 20 GPa). Da der E-Modul metallischer Werkstoffe aber praktisch kaum in diese niedrige Region gebracht werden kann (z. B. durch Legieren), besteht die Möglichkeit ihn zusätzlich durch strukturelle Maßnahmen zu senken. Das bedeutet z. B. die Anwendung von Verbund- oder porösen Werkstoffen [126]. Durch die Verwendung von Verbunden können die elastischen Eigenschaften eines Werkstoffes in einem sehr weiten Feld angepasst werden. Poröse Werkstoffe erlauben rein theoretisch die Senkung des E-Moduls bis auf nahe null [126].

Titanwerkstoffe eignen sich hervorragend für Bioimplantate, denn sie zeichnen sich u. a. durch hervorragende Biokompatibilität aus [127]. Der E-Modul ist zwar im Vergleich zu Stählen sehr niedrig, mit 110 GPa aber immernoch weit über dem des menschlichen Knochens. Die Anpassung der elastischen Konstanten für Titanwerkstoffe unter Vermeidung von toxischen Elementen (wie z. B. Vanadium in der gebräuchlichen TiAl6V4 Legierung) ist daher ein Schlüsselansatz für die Entwicklung zukünftiger Implantatwerkstoffe.

Mit der in dieser Arbeit vorgestellten Technologie konnte gezeigt werden, dass bspw. Titanaluminidwerkstoffe mit hoher Porosität hergestellt werden können. Möglicherweise eignet sich die Technologie daher in adaptierter Form auch zur Herstellung anderer poröser Werkstoffe und könnte so für die medizinische Implantatherstellung von Interesse sein, denn eine intrinsische Porosität erlaubt nicht nur die Reduzierung des E-Moduls, sondern auch eine verbesserte Osseointegration (Einwachsen von Knochengewebe).

### 5.3. Entwicklung höchstfester Leichtmetalllegierungen

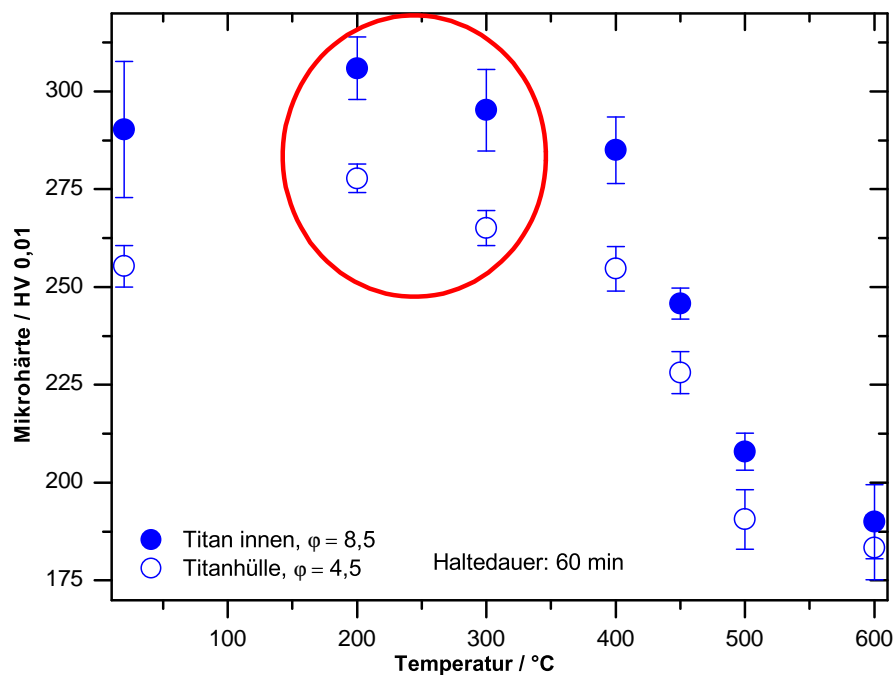
Das verwendete SPD Verfahren für die Drahtherstellung nutzt alle konventionellen Verfestigungsmechanismen gleichzeitig. Die hochgradige plastische Umformung führt zu enormer Kaltverfestigung. Legierungen, wie die hier verwendete AA 5049, erhöhen zusätzlich durch Mischkristallhärtung und Ausscheidungen die Festigkeit. Die starke Kornfragmentierung trägt zusätzlich über die Feinkornhärtung zur Festigkeitssteigerung bei.

Neu ist in diesem Fall, dass Grenzflächen, im Speziellen Phasengrenzen, nicht ausschließlich als Versetzungsbarrieren zur Festigkeit beitragen, sondern auch durch grenzflächeninduzierte Effekte wie hier eine zusätzliche Scherung, die die Kornfeinung verstärkt. Darüber hinaus kann sich ein Werkstoffverbund im verwendeten Umformverfahren positiv auf die Festigkeit auswirken, da durch die unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften der Komponenten Eigenspannungen induziert werden, die in der Summe die Dehngrenze erhöhen. Das ist insbesondere der Fall, wenn die schwächere Verbundkomponente durch Druckeigenspannungen verstärkt wird.

Neuere Arbeiten zu Niedertemperaturwärmebehandlungen von nanokristallinen Werkstoffen wie die von Li et al. [128] zeigen, dass damit weitere Steigerungen von Dehngrenze, Härte und Zugfestigkeit erreicht werden können. Die Ursache ist höchstwahrscheinlich eine Härtung durch limitierte Versetzungsquellen [55, 56]. Im konkreten Fall resultierte eine Wärmebehandlung über 30 min einer ebenfalls durch Hochumformung hergestellten, nanokristallinen Titanprobe bei lediglich 200° C in einer Erhöhung der Dehngrenze um ca. 2,5 % auf bereits sehr hohem Niveau ( $\sigma_y = 806$  MPa).

Tatsächlich wird auch in den in dieser Arbeit untersuchten Drähten eine Steigerung der Mikrohärtigkeit des verwendeten Titans gefunden. Wie Abb. 5.9 zeigt, steigt





**Abbildung 5.9** Mikrohärteverlauf nach einstündiger Wärmebehandlung bei verschiedenen Temperaturen. Unerwartete Härtesteigerung bei niedrigen Temperaturen.

die Härte, sowohl der Titanhülle als auch der nächstkleineren Filamente in einem 2TiAl2 Verbund im Bereich 200-300°C zunächst leicht an. Erst bei höheren Temperaturen setzen Erholung und Rekristallisation ein. Die Härtesteigerung bei 200°C macht ca. 5-8% aus, was nicht unerheblich ist. Möglicherweise können in diesem Temperaturbereich bereits Versetzungen in sehr kleinen Körnern von deren Korngrenzen aufgenommen werden. Wenn auf diese Weise eine Kornfraktion versetzungsfrei wird, kann der entsprechende Teil des Gefüges nur durch das Aktivieren der jeweiligen Versetzungsquellen weiter verformt werden, was im Gegensatz zur Bewegung bereits vorhandener Versetzungen erschwert ist. In der Folge wird der Werkstoff weiter verfestigt.

Damit ist klar, dass selbst bei Nutzung sämtlicher, klassischer Verfestigungsmechanismen immer noch Potential für eine weitere Steigerung der Härte bzw. Dehngrenze besteht. Durch die gezielte (Aus-)Nutzung von Eigenspannungen, Kornfeinungsmechanismen und speziellen Niedertemperaturwärmebehandlungen kann die Festigkeit eines solchen Werkstoffes zusätzlich oder im Zusammenspiel der genannten Mechanismen weiter erhöht werden.

Gerade beim Verständnis des Zusammenspiels der verschiedensten Mechanismen besteht noch sehr viel Forschungsbedarf. Die Grundlagen dafür sind durch Kocks, Argon und Ashby lange bekannt. Bis zur gezielten Nutzung und einem umfassenden Verständnis der möglichen Synergien der festigkeitssteigernden Mechanismen ist es jedoch noch ein weiter Weg.



## 6. Zusammenfassung der Ergebnisse

In dieser Arbeit wird, in Anlehnung an etablierte SPD-Verfahren, ein neuer Prozess der Hochumformung vorgestellt. Mittels dieses Prozesses können einphasige, aber auch mehrphasige Werkstoffe hoch umgeformt werden. Dabei werden Stangen durch Rundkneten zu Drähten verarbeitet, die anschließend durch Bündeln und Einstapeln in Rohre wieder zu neuen Drähten umgeformt werden. So entstehen Drähte, die aus verschiedenen stark umgeformten Bereichen bestehen, die selbstähnlich angeordnet sind. Das Umformverfahren Rundkneten erlaubt es dabei, selbst stark heterogene Werkstoffverbunde homogen bis zu sehr hohen Umformgraden umzuformen, was mit den gängigen SPD-Verfahren nicht, oder nur eingeschränkt möglich ist. Durch den zyklischen Charakter des Prozesses können beinahe beliebig hohe Umformgrade in den Filamenten erreicht werden.

Auf diese Weise konnten verschiedene Verbunddrähte hergestellt werden, die aus Titan Grade 1 und der Aluminiumlegierung 5049 bestehen. Der in den „primär umgeformten“ erreichte Umformgrad beträgt 16,5. Eine weitere Umformung ist nicht ausgeschlossen. Durch die starke Umformung erreichen die Drähte hohe Festigkeiten. Der Draht 2TiAl3 weist eine Zugfestigkeit von fast 950 MPa auf, während die Ausgangswerkstoffe bereits bei 370 MPa (Titan) bzw. 200 MPa (AA 5049) einschnüren. Die spezifische Festigkeit des Drahtes 2TiAl1 liegt mit ca.  $225 \frac{\text{MPa}}{\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}}$  im Bereich der jeweils festesten Legierungen der Leichtmetallwerkstoffklassen Titan, Aluminium oder Magnesium. Anwendungen im konstruktiven Leichtbau sind aufgrund der geringen Dichte von ca.  $3,7 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  deshalb durchaus denkbar.

Diese, nicht nur im Vergleich zu den Ausgangswerkstoffen beachtlichen, mechanischen Eigenschaften resultieren aus der gezielten Nutzung des Zusammenspiels der wesentlichen, die Festigkeit steigernden Mechanismen: Die Umformung bei niedriger homologer Temperatur beider Verbundkomponenten führt zu starker Kaltverfestigung. Die in der Al-Legierung vorhandenen Legierungselemente und Ausscheidungen tragen zur Mischkristall- und Teilchenverfestigung bei. Infolge des hohen Versetzungseintrages und damit verbundenen Versetzungswechselwirkungen bildet sich in beiden Verbundkomponenten eine feine Subkornstruktur. Diese Subkörner steigern mit zunehmendem Umformgrad ihre Misorientierung zu Nachbarkörnern von Kleinwinkel- zu Großwinkelkorngrenzen. In der Folge entsteht ein ultrafeinkörniges Gefüge in beiden Verbundkomponenten. Die Korngröße der Al-Legierung sättigt bei ca. 200-400 nm, während das Reintitan ab einem Umformgrad von 8,5 aus Körnern besteht, die lediglich 200 nm groß sind.

Die während der Drahtherstellung eingebrachten Grenzflächen Ti-Al wirken sich positiv auf die mechanischen Eigenschaften aus. Durch die im Prozess überlagerte

Scherung während der Umformung wird in Grenzflächennähe eine im Vergleich zu entfernten Bereichen stärkere Kornfeinung in der Al-Legierung beobachtet. Diese ist vermutlich die Hauptursache dafür, dass die Al Legierung in diesen Bereichen im Verbund 2TiAl1 tlw. bis zu 40 % härter ist, als weiter von Ti-Al Phasengrenzen entfernt.

Experimente zur Bestimmung der lokalen mechanischen Eigenschaften der Verbundpartner legen den Schluss nahe, dass aus dem Herstellungsprozess resultierende Eigenspannungen die Verbunde zusätzlich stärken. Das ist möglich, in dem die Fließgrenze der schwächeren Komponente, hier die Al-Legierung, durch Druckeigenspannungen erhöht wird. Es wurden außerdem Anzeichen dafür gefunden, dass über eine Niedertemperaturwärmebehandlung im Bereich 200-300 °C, die sich der Herstellung anschließt, ein zusätzlicher, versetzungsquellenlimitierter Verfestigungsmechanismus aktiviert werden kann.

Die hergestellten Verbunde bieten jedoch nicht nur hervorragende mechanische Eigenschaften. Ein leicht abgewandelter Verbunddraht konnte durch eine zweistufige, den Herstellungsprozess anschließende Wärmebehandlung in einen Draht bestehend aus Titanaluminiden umgewandelt werden. Solche Drähte sind auf konventionellem Wege nicht herstellbar. Je nach ursprünglicher Verbundzusammensetzung lassen sich die Phasenzusammensetzung und deren Verteilung im Querschnitt gut kontrollieren. Sie eignen sich daher auch für die Herstellung neuer Gradientenwerkstoffe. Durch die starke Diffusion von Al bei der Phasenreaktion entsteht zwar etwas Porosität im Draht, jedoch muss diese nicht für alle möglichen Anwendungen negativ sein und kann wenn nötig durch weitere, zwischengeschaltete Umformschritte reduziert werden.

Da das neue Hochumformverfahren nicht auf die hier beispielhaft vorgestellte Materialkombination Titan-Aluminium beschränkt ist, eröffnen sich in vielerlei Hinsicht neue Wege, nicht nur im Sinne konstruktiven Leichtbaus. So sind extrem leichte Drähte aus Al-Mg Verbunden genauso möglich wie auch poröse, E-Modul angepasste Implantatwerkstoffe für die Medizintechnik. Sonst nur schwer prozessierbare intermetallische Phasen, wie die hier vorgestellte  $\gamma$ -TiAl Phase, aber auch die für die Batterietechnik interessante LiAl Phase, lassen sich verhältnismäßig einfach herstellen. Letztere bildet sich sogar bereits während der Umformung bei Raumtemperatur ohne zusätzliche Wärmebehandlung.

## Literaturverzeichnis

- [1] INTERNATIONAL ENERGY AGENCY: *World Energy Outlook 2012*. Organization for Economic Co-operation and Development (OECD), 2013
- [2] JEVONS, W. S.: *The Coal Question*. Macmillan, 1865
- [3] GILLINGHAM, K. ; KOTCHEN, M. J. ; RAPSON, D. S. ; WAGNER, G.: Energy policy: The rebound effect is overplayed. In: *Nature* 493 (2013), 475-476
- [4] ASHBY, M. F.: *Materials Selection in Mechanical Design*. Heidelberg : Spektrum Akademischer Verlag, 2006. – 648 S.
- [5] TAYLOR, S.R.: Abundance of chemical elements in the continental crust: a new table. In: *Geochimica et Cosmochimica Acta* 28 (1964), Nr. 8, 1273 - 1285
- [6] PETERS, M. ; LEYENS, C.: *Titan und Titanlegierungen*. WILEY-VCH Köln, 2002
- [7] BECK, A.: *Magnesium und seine Legierungen*. 2. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1939 und 2001
- [8] HUFNAGEL, W. (Hrsg.): *Aluminium Taschenbuch*. Aluminium-Verlag Düsseldorf, 1988
- [9] LANGDON, T. G.: An evaluation of the strain contributed by grain boundary sliding in superplasticity. In: *Materials Science and Engineering: A* 174 (1994), Nr. 2, 225 - 230
- [10] HAHN, H. ; MONDAL, P. ; PADMANABHAN, K.A.: Plastic deformation of nanocrystalline materials. In: *Nanostructured Materials* 9 (1997), Nr. 1-8, 603 - 606
- [11] HAHN, H. ; PADMANABHAN, K. A.: A model for the deformation of nanocrystalline materials. In: *Phil Mag B* 76 (1997), Nr. 1-8, 559 - 571
- [12] OVID'KO, I.A. ; SHEINERMAN, A.G.: Enhanced ductility of nanomaterials through optimization of grain boundary sliding and diffusion processes. In: *Acta Materialia* 57 (2009), Nr. 7, 2217 - 2228
- [13] GORKAYA, T. ; BURLET, T. ; MOLODOV, D. A. ; GOTTSTEIN, G.: Experimental method for true in situ measurements of shear-coupled grain boundary migration. In: *Scripta Materialia* 63 (2010), Nr. 6, 633 - 636

- [14] CHOKSHI, A.H. ; ROSEN, A. ; KARCH, J. ; GLEITER, H.: On the validity of the hall-petch relationship in nanocrystalline materials. In: *Scripta Metallurgica* 23 (1989), Nr. 10, 1679 - 1683
- [15] PADMANABHAN, K.A. ; DINDA, G.P. ; HAHN, H. ; GLEITER, H.: Inverse Hall-Petch effect and grain boundary sliding controlled flow in nanocrystalline materials. In: *Materials Science and Engineering: A* 452 - 453 (2007), Nr. 0, 462 - 468
- [16] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. 4. Berlin, Heidelberg : Springer-Verlag, 2007
- [17] LOMER, W.M.: A dislocation reaction in the face-centered cubic lattice. In: *Philosophical Magazine* 42 (1951), Nr. 334, S. 1327-1331
- [18] COTTRELL, A. H.: The formation of immobile dislocations during slip. In: *Philosophical Magazine* 43 (1952), Nr. 341, S. 645-647
- [19] LEE, J. H. ; HOLLAND, T. B. ; MUKHERJEE, A. K. ; ZHANG, X. ; WANG, H.: Direct observation of Lomer-Cottrell Locks during strain hardening in nanocrystalline nickel by in situ TEM. In: *Scientific Reports* 3 (2013), 1061
- [20] HALL, E.O.: The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results. In: *Proceedings of the Physical Society of London Section B* 64 (1951), Nr. 381, S. 747-753
- [21] PETCH, N.J.: The Cleavage Strength of Polycrystals. In: *Journal Of The Iron And Steel Institute* 174 (1) (1953), S. 24-8
- [22] COURTNEY, T. H.: *Mechanical Behavior of Materials*. McGraw Hill Publishing Company, 1990. - S.190
- [23] KOCKS, U.F. ; ARGON, A. ; ASHBY, M.: Thermodynamics and kinetics of slip. In: *Progress in Materials Science* 19 (1975), S. 1-281
- [24] NEITE, G. ; SIEVE, M. ; MROTZEK, M. ; NEMBACH, E.: On the combination of hardening mechanisms in the NIMONIC alloy PE16. In: BILDE-SORENSEN, J.B. (Hrsg.) ; HANSEN, N. (Hrsg.) ; HORSEWELL, A. (Hrsg.) ; LEFFERS, T. (Hrsg.) ; LILHOLT, H. (Hrsg.): *Proceedings of the Riso International Symposium on Metallurgy and Materials Science*. Roskilde, Denmark : Riso Natl Lab, Roskilde, De, 1983, S. 447-451
- [25] KOCKS, U. F.: Laws for work-hardening and low-temperature creep. In: *Journal of Engineering Materials and Technology - Transactions of the ASME* 98 (1976), Nr. 1, S. 76-85
- [26] KOCKS, U.F. ; MECKING, H.: Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. In: *Progress in Materials Science* 48 (2003), Nr. 3, S. 171-273

- [27] PRINZ, F.B. ; ARGON, A.S.: The evolution of plastic resistance in large strain plastic-flow of single-phase subgrain forming metals. In: *Acta Metallurgica* 32 (1984), Nr. 7, S. 1021–1028
- [28] ZEHETBAUER, M. ; SEUMER, V.: Cold work-hardening in stage-IV and stage-V of fcc metals. 1. Experiments and interpretation. In: *Acta Metallurgica et Materialia* 41 (1993), Nr. 2, S. 577–588
- [29] NIX, W.D. ; GIBELING, J.C. ; HUGHES, D.A.: Time-dependent deformation of metals. In: *Metallurgical Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science* 16 (1985), Nr. 12, S. 2215–2226
- [30] LUDWIK, P.: *Elemente der technologischen Mechanik*. Berlin : Verlag von Julius Springer, 1909
- [31] HOLLOMON, J.H.: Tensile deformation. In: *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers* 162 (1945), S. 268–290
- [32] HOCKETT, J.E. ; SHERBY, O.D.: Large strain deformation of polycrystalline metals at low homologous temperatures. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 23 (1975), Nr. 2, S. 87–98
- [33] VOCE, E.: The relationship between stress and strain for homogeneous deformation. In: *Journal of the Institute of Metals* 74 (1948), Nr. 11, S. 537–562
- [34] NES, E.: Modelling of work hardening and stress saturation in FCC metals. In: *Progress in Materials Science* 41 (1997), Nr. 3, 129 - 193
- [35] SELLARS, C.M. ; ZHU, Q.: Microstructural modelling of aluminium alloys during thermomechanical processing. In: *Materials Science and Engineering: A* 280 (2000), Nr. 1, S. 1–7
- [36] EDINGTON, J.W. ; MELTON, K.N. ; CUTLER, C.P.: Superplasticity. In: *Progress in Materials Science* 21 (1976), Nr. 2, 63–170
- [37] VALIEV, R.Z.: Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. In: *Nature Materials* 3 (2004), 511 - 516
- [38] GLEITER, H.: Nanocrystalline materials. In: *Progress in Materials Science* 33 (1989), Nr. 4, 223 - 315
- [39] M.J. ZEHETBAUER, Y.T. Z. (Hrsg.): *Bulk Nanostructured Materials*. WILEY-VCH Weinheim, 2009
- [40] ESTRIN, Y. ; VINOGRADOV, A.: Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science. In: *Acta Materialia* 61 (2013), Nr. 3, 782 - 817

- [41] VALIEV, R.Z. ; ISLAMGALIEV, R.K. ; ALEXANDROV, I.V.: Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. In: *Progress in Materials Science* 45 (2000), Nr. 2, 103 - 189
- [42] ZHU, Y.T. ; HUANG, J.Y. ; GUBICZA, J. ; UNGAR, T. ; WANG, Y.M. ; MA, E. ; VALIEV, R.Z.: Nanostructures in Ti processed by severe plastic deformation. In: *Journal of Materials Research* 18 (2003), Nr. 8, 1908 - 1917
- [43] LANGDON, T. G.: The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. In: *Materials Science and Engineering: A* 462 (2007), Nr. 1-2, 3 - 11
- [44] VORHAUER, A. ; PIPPAN, R.: On the homogeneity of deformation by high pressure torsion. In: *Scripta Materialia* 51 (2004), Nr. 9, 921 - 925
- [45] ZEHETBAUER, M.J. ; KOHOUT, J. ; SCHAFER, E. ; SACHSLEHNER, F. ; DUBRAVINA, A.: Plastic deformation of nickel under high hydrostatic pressure. In: *Journal of Alloys and Compounds* 378 (2004), Nr. 1-2, 329 - 334
- [46] SAITO, Y. ; TSUJI, N. ; UTSUNOMIYA, H. ; SAKAI, T. ; HONG, R. G.: Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. In: *Scripta Materialia* 39 (1998), Nr. 9, 1221 - 1227
- [47] BELYAKOV, A. ; GAO, W. ; MIURA, H. ; SAKAI, T.: Strain-induced grain evolution in polycrystalline copper during warm deformation. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 29 (1998), Nr. 12, S. 2957-2965
- [48] SITDIKOV, O. ; SAKAI, T. ; GOLOBORODKO, A. ; MIURA, H. ; KAIBYSHEV, R.: Grain refinement in coarse-grained 7475 Al alloy during severe hot forging. In: *Philosophical Magazine* 85 (2005), Nr. 11, 1159-1175
- [49] BEYGEZIMER, Y. ; ORLOV, D. ; VARYUKHIN, V.: new severe plastic deformation method: Twist extrusion. In: ZHU, YT (Hrsg.) ; LANGDON, TG (Hrsg.) ; MISHRA, RS (Hrsg.) ; SEMIATIN, SL (Hrsg.) ; SARAN, MJ (Hrsg.) ; LOWE, TC (Hrsg.): *Ultrafine grained Materials II* Minerals Met & Mat Soc, Mat Process & Mfg Div, Shaping & Forming Comm; Minerals Met & Mat, Struct Mat Div, Mech Behav Comm, 2002. - ISBN 0-87339-523-9, S. 297-304. - 2nd International Symposium on Ultrafine Grained Materials, SEATTLE, WA, FEB 17-21, 2002
- [50] HAUSÖL, T. ; HÖPPEL, H. W. ; GÖKEN, M.: Microstructure and Mechanical Properties of Accumulative Roll Bonded AA6014/AA5754 Aluminium Laminates. In: WANG, J.T. (Hrsg.) ; FIGUEIREDO, R.B. (Hrsg.) ; LANGDON, T.G. (Hrsg.): *NANOMATERIALS BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION: NANOSPD5, PTS 1 AND 2* Bd. 667-669 Nanjing Univ Sci & Technol; Int NanoSPD Steer Comm; Natl Nat Sci Fdn China; Minist Sci & Technol China; Chinese Acad Sci, Inst Metal Res; Baoshan Iron & Steel Co Ltd, 2011 (Materials Science Forum). - ISSN 0255-5476, S. 217-222. - 5th International Conference on Nanomaterials by



- Severe Plastic Deformation, Nanjing Univ Sci & Technol, Nanjing, PEOPLES R CHINA, MAR 21-25, 2011
- [51] ZHANG, R. ; ACOFF, V.L.: Processing sheet materials by accumulative roll bonding and reaction annealing from Ti/Al/Nb elemental foils. In: *Materials Science and Engineering: A* 463 (2007), Nr. 1-2, 67 - 73
- [52] CHEKHONIN, P. ; BEAUSIR, B. ; SCHARNWEBER, J. ; OERTEL, C.-G. ; HAUSÖL, T. ; HÖPPEL, H. W. ; BROKMEIER, H.-G. ; SKROTZKI, W.: Confined recrystallization of high-purity aluminium during accumulative roll bonding of aluminium laminates. In: *Acta Materialia* 60 (2012), Nr. 11, S. 4661-4671
- [53] MARR, T. ; FREUDENBERGER, J. ; KAUFFMANN, A. ; SCHARNWEBER, J. ; OERTEL, C.-G. ; SKROTZKI, W. ; SIEGEL, U. ; KÜHN, U. ; ECKERT, J. ; MARTIN, U. ; SCHULTZ, L.: Damascene Light-Weight Metals. In: *Advanced Engineering Materials* 12 (2010), Nr. 12, S. 1191-1197
- [54] MARR, T. ; FREUDENBERGER, J. ; SEIFERT, D. ; KLAUSS, H. ; ROMBERG, J. ; OKULOV, I. ; SCHARNWEBER, J. ; ESCHKE, A. ; OERTEL, C.-G. ; SKROTZKI, W. ; KÜHN, U. ; ECKERT, J. ; SCHULTZ, L.: Ti-Al Composite Wires with High Specific Strength. In: *Metals* 1 (2011), Nr. 1, 79-97
- [55] SHAN, Z. W. ; MISHRA, Raja K. ; ASIF, S. A. S. ; WARREN, O. L. ; MINOR, A. M.: Mechanical annealing and source-limited deformation in submicrometre-diameter Ni crystals. In: *Nature Materials* 7 (2008), Nr. 2, S. 115-119
- [56] KIENER, D. ; MINOR, A. M.: Source-controlled yield and hardening of Cu(100) studied by in situ transmission electron microscopy. In: *Acta Materialia* 59 (2011), Nr. 4, S. 1328-1337
- [57] ZENG, W. ; SHEN, Y. ; ZHANG, N. ; HUANG, X. ; WANG, J. ; TANG, G. ; SHAN, A.: Rapid hardening induced by electric pulse annealing in nanostructured pure aluminum. In: *Scripta Materialia* 66 (2012), Nr. 3-4, 147-150
- [58] MÜLLER, F.: *Verfahrensgrundlagen des Rundknetens*. Shaker Verlag, Aachen, Technische Hochschule Darmstadt, Dissertation, Berichte aus Produktion und Umformtechnik, Band 36, April 1997
- [59] MISES, R. von: Mechanik der plastischen Formänderung von Kristallen. In: *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik* 8 (1928), S. 161-185
- [60] ZWICKER, U.: *Titan und Titanlegierungen*. Springer-Verlag Berlin/Heidelberg, 1974
- [61] YAN, L. ; RAMAMURTHY, S. ; NOËL, J.J. ; SHOESMITH, D.W.: Hydrogen absorption into alpha titanium in acidic solutions. In: *Electrochimica Acta* 52 (2006), Nr. 3, 1169 - 1181

- [62] YOKOYAMA, K. ; OGAWA, T. ; ASAOKA, K. ; SAKAI, J.: Hydrogen absorption of titanium in acidic fluoride solutions. In: *Materials Science and Engineering: A* 384 (2004), Nr. 1 - 2, 19 - 25
- [63] KULAWINSKI, D. ; NAGEL, K. ; HENKEL, S. ; HÜBNER, P. ; FISCHER, H. ; KUNA, M. ; BIERMANN, H.: Characterization of stress-strain behavior of a cast TRIP steel under different biaxial planar load ratios. In: *Engineering Fracture Mechanics* 78 (2011), Nr. 8, 1684 - 1695
- [64] OLIVER, W.C. ; PHARR, G.M.: An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments. In: *Journal of Materials Research* 7 (1992), Nr. 6, S. 1564-1583
- [65] PHARR, G.M. ; OLIVER, W.C. ; BROTZEN, F.R.: On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic-modulus during indentation. In: *Journal of Materials Research* 7 (1992), Nr. 3, S. 613-617
- [66] HAY, J.L. ; PHARR, G.M. ; KUHN, H. (Hrsg.) ; MEDKIN, D. (Hrsg.): *ASM Handbook: Mechanical testing*. Bd. 8. Materials Park, Ohio : ASM International, 2000
- [67] NIX, W.D. ; GAO, H.J.: Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 46 (1998), Nr. 3, S. 411-425
- [68] EGGERT, F.: *Standardfreie Elektronenstrahlmikroanalyse*. Norderstedt : Books on Demand GmbH, Norderstedt, 2005
- [69] REIMER, L. ; HAWKES, P. W. (Hrsg.): *Scanning Electron Microscopy Physics of Image Formation and Microanalysis*. Springer-Verlag Berlin/Heidelberg, 1998
- [70] KOCKS, U. F. ; TOMÉ, C. N. ; WENK, H.-R.: *Texture and Anisotropy*. Cambridge : Cambridge University Press, 1998
- [71] SPIESS, L.: *Moderne Röntgenbeugung / Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*. 2., überarbeitete und erweiterte Auflage. Wiesbaden : Vieweg + Teubner, 2009
- [72] DINGLEY, D. J. ; RANDLE, V.: Review Microtexture determination by electron back-scatter-diffraction. In: *Journal of Materials Science* 27 (1992), 4545 - 4566
- [73] SANDLÖBES, S. ; SCHESTAKOW, I. ; YI, S. B. ; ZAEFFERER, S. ; CHEN, J. Q. ; FRIÁK, M. ; NEUGEBAUER, J. ; RAABE, D.: The Relation between Shear Bending, Microstructure and Mechanical Properties in Mg and Mg-Y Alloys. In: *Materials Science Forum* 690 (2011), S. 202-205

- [74] DINGLEY, D. J. ; WILKINSON, A. J. ; MEADEN, G. ; KARAMCHED, P. S.: Elastic strain tensor measurement using electron backscatter diffraction in the SEM. In: *Journal of Electron Microscopy* 59 (2010), S. S155 – S163
- [75] ZAEFFERER, S.: A critical review of orientation microscopy in SEM and TEM. In: *Crystal Research and Technology* 46 (2011), Nr. 6, S. 607–628
- [76] ZHEREBTSOV, S.V. ; DYAKONOV, G.S. ; SALEM, A.A. ; MALYSHEVA, S.P. ; SALISHCHEV, G.A. ; SEMIATIN, S.L.: Evolution of grain and subgrain structure during cold rolling of commercial-purity titanium. In: *Materials Science and Engineering: A* 528 (2011), Nr. 9, 3474 - 3479
- [77] CHUN, Y.B. ; YU, S.H. ; SEMIATIN, S.L. ; HWANG, S.K.: Effect of deformation twinning on microstructure and texture evolution during cold rolling of CP-titanium. In: *Materials Science and Engineering: A* 398 (2005), Nr. 1-2, 209 - 219
- [78] CHAUDHARI, G. P. ; ACOFF, V. L.: Titanium aluminide sheets made using roll bonding and reaction annealing. In: *Intermetallics* 18 (2010), Nr. 4, 472 - 478
- [79] LUO, J.-G. ; ACOFF, V. L.: Using cold roll bonding and annealing to process Ti/Al multi-layered composites from elemental foils. In: *Materials Science and Engineering: A* 379 (2004), Nr. 1-2, 164 - 172
- [80] MAIER, V. ; HÖPPEL, H.W. ; GÖKEN, M.: Nanomechanical behaviour of Al-Ti layered composites produced by accumulative roll bonding. In: SKROTZKI, W. (Hrsg.) ; OERTEL, C.G. (Hrsg.) ; BIERMANN, H. (Hrsg.) ; HEILMAIER, M. (Hrsg.): *15th International conference on the strength of materials (ICSMA-15)* Bd. 240, IOP Publishing LTD, 2010 (Journal of Physics Conference Series). – ISSN 1742-6588
- [81] NAKA, T. ; TORIKAI, G. ; HINO, R. ; YOSHIDA, F.: The effects of temperature and forming speed on the forming limit diagram for type 5083 aluminum-magnesium alloy sheet. In: *Journal of Materials Processing Technology* 113 (2001), Nr. 1 - 3, 648 - 653
- [82] LLOYD, D.J.: The deformation of commercial aluminum-magnesium alloys. In: *Metallurgical Transactions A* 11 (1980), 1287-1294
- [83] HARVEY, E. ; LADANI, L. ; WEAVER, M.: Complete mechanical characterization of nanocrystalline Al-Mg alloy using nanoindentation. In: *Mechanics of Materials* 52 (2012), Nr. 0, 1 - 11
- [84] LLOYD, D. J. ; KENNY, D.: The structure and properties of some heavily cold worked aluminium alloys. In: *Acta Metallurgica* 28 (1980), S. 639-649

- [85] CRECY, A. ; BOURRET, A. ; NAKA, S. ; LASALMONIE, A.: High resolution determination of the core structure of  $1/3 \langle 1120 \rangle$  1010 edge dislocation in titanium. In: *Philosophical Magazine A* 47 (1983), Nr. 2, 245-254
- [86] MUZYK, M. ; PAKIELA, Z. ; KURZYDŁOWSKI, K.J.: Ab initio calculations of the generalized stacking fault energy in aluminium alloys. In: *Scripta Materialia* 64 (2011), Nr. 9, 916 - 918
- [87] ARMSTRONG, P.E. ; HOCKETT, J.E. ; SHERBY, O.D.: Large strain multidirectional deformation of 1100 Aluminum at 300K. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 30 (1982), Nr. 1-2, S. 37
- [88] DURST, K. ; BACKES, B. ; FRANKE, O. ; GÖKEN, M.: Indentation size effect in metallic materials: Modeling strength from pop-in to macroscopic hardness using geometrically necessary dislocations. In: *Acta Materialia* 54 (2006), Nr. 9, S. 2547-2555
- [89] BACKES, B. ; DURST, K. ; GÖKEN, M.: Determination of plastic properties of polycrystalline metallic materials by nanoindentation: experiments and finite element simulations. In: *Philosophical Magazine* 86 (2006), Nr. 33-35, 5541-5551
- [90] DURST, K. ; BACKES, B. ; GÖKEN, M.: Indentation size effect in metallic materials: Correcting for the size of the plastic zone. In: *Scripta Materialia* 52 (2005), Nr. 11, 1093-1097
- [91] ROMANOV, A. E. ; KOLESNIKOVA, A. L.: Application of disclination concept to solid structures. In: *Progress in Materials Science* 54 (2009), Nr. 6, 740 - 769
- [92] TOTH, L.S. ; MOLINARI, A. ; ESTRIN, Y.: Strain hardening at large strains as predicted by dislocation based polycrystal plasticity model. In: *Journal of Engineering Materials and Technology-Transactions of the ASME* 124 (2002), Nr. 1, S. 71-77
- [93] ESTRIN, Y. ; TÓTH, L.S. ; MOLINARI, A. ; BRÉCHET, Y.: A dislocation-based model for all hardening stages in large strain deformation. In: *Acta Materialia* 46 (1998), Nr. 15, 5509 - 5522
- [94] WASSERMANN, G. ; GREWEN, J.: *Texturen metallischer Werkstoffe*. 2. Springer-Verlag Berlin, 1962
- [95] KNAUER, E. ; FREUDENBERGER, J. ; MARR, T. ; KAUFFMANN, A. ; SCHULTZ, L.: Grain refinement and deformation mechanisms in room temperature severe plastic deformed Mg-AZ31. In: *Metals* 3 (2013), S. 283-297

- [96] CHEN, Y.J. ; LI, Y.J. ; WALMSLEY, J.C. ; DUMOULIN, S. ; SKARET, P.C. ; ROVEN, H.J.: Microstructure evolution of commercial pure titanium during equal channel angular pressing. In: *Materials Science and Engineering: A* 527 (2010), Nr. 3, 789 - 796
- [97] CHEN, Y.J. ; LI, Y.J. ; WALMSLEY, J.C. ; DUMOULIN, S. ; GIREESH, S.S. ; ARMADA, S. ; SKARET, P.C. ; ROVEN, H.J.: Quantitative analysis of grain refinement in titanium during equal channel angular pressing. In: *Scripta Materialia* 64 (2011), Nr. 9, 904 - 907
- [98] ZENG, Z. ; ZHANG, Y. ; JONSSON, S.: Microstructure and texture evolution of commercial pure titanium deformed at elevated temperatures. In: *Materials Science and Engineering: A* 513-514 (2009), 83 - 90
- [99] ZENG, Z. ; JONSSON, S. ; ROVEN, H.J.: The effects of deformation conditions on microstructure and texture of commercially pure Ti. In: *Acta Materialia* 57 (2009), Nr. 19, 5822 - 5833
- [100] TERADA, D. ; INOUE, S. ; TSUJI, N.: Microstructure and mechanical properties of commercial purity titanium severely deformed by ARB process. In: *Journal of Materials Science* 42 (2007), Nr. 5, 1673 - 1681
- [101] CAHOON, J.R. ; BROUGHTON, W.H. ; KUTZAK, A.R.: The determination of yield strength from hardness measurements. In: *Metallurgical Transactions* 2 (1971), 1979-1983
- [102] PAVLINA, E.J. ; TYNE, C.J.: Correlation of Yield Strength and Tensile Strength with Hardness for Steels. In: *Journal of Materials Engineering and Performance* 17 (2008), 888-893
- [103] ZHANG, P. ; LI, S.X. ; ZHANG, Z.F.: General relationship between strength and hardness. In: *Materials Science and Engineering: A* 529 (2011), S. 62-73
- [104] TABOR, D.: The hardness and strength of metals. In: *Journal of the institute of metals* 79 (1951), Nr. 1, S. 1-18
- [105] TABOR, D.: *The hardness of metals*. New York : Oxford University Press, 1951
- [106] SPENCER, P.J.: Development of Thermodynamic Databases and Their Relevance for the Solution of Technical Problems. In: *Zeitschrift für Metallkunde* 87 (1996), S. 535-539
- [107] PENALOZA, V A. ; HOUSKA, C.R.: Refinements on the X-Ray intensities from Ti3-2Al. In: *An. Congr. Nac. Metal.* 3 (1983), S. A55-A59

- [108] SRIDHARAN, S. ; NOWOTNY, H. ; WAYNE, S.F.: Investigations Within the Quaternary System Titanium-Nickel-Aluminium-Carbon. In: *Monatsh. Chem.* 114 (1983), S. 127–135
- [109] BRAUN, J. ; ELLNER, M.: X-ray high-temperature in situ investigation of the aluminide TiAl<sub>2</sub> (HfGa<sub>2</sub> type). In: *Journal of Alloys and Compounds* 309 (2000), S. 118–122
- [110] NORBY, P. ; CHRISTENSEN, A.N.: Preparation and Structure of Al<sub>3</sub>Ti. In: *Acta Chemica Scandinavica A* 40 (1986), S. 157–159
- [111] HIRTH, J. P. ; LOTHE, J.: *Theory of dislocations*. Krieger Publishing, Malabar, FL, 1992
- [112] ZHANG, J.: Synthesis of gamma-TiAl foils and sheets by innovative reactive diffusion methods from elemental Ti and Al. In: *Intermetallics* 18 (2010), Nr. 12, S. 2292–2300
- [113] XU, L. ; CUI, Y.Y. ; HAO, Y.L. ; YANG, R.: Growth of intermetallic layer in multilaminated Ti/Al diffusion couples. In: *Materials Science and Engineering: A* 435-436 (2006), 638 - 647
- [114] FU, E. K. Y. ; RAWLINGS, R. D. ; MCSHANE, H. B.: Reaction synthesis of titanium aluminides. In: *Journal of Materials Science* 36 (2001), 5537-5542
- [115] UENISHI, K. ; SUMI, H. ; KOBAYASHI, K.F.: Joining of the intermetallic compound TiAl using self-propagating high-temperature synthesis reaction. In: *Zeitschrift für Metallkunde* 86 (1995), Nr. 1, S. 64–68
- [116] SUN, Y.-B. ; ZHAO, Y.-Q. ; ZHANG, D. ; LIU, C.-Y. ; DIAO, H.-Y. ; MA, C.-L.: Multilayered Ti-Al intermetallic sheets fabricated by cold rolling and annealing of titanium and aluminum foils. In: *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 21 (2011), S. 1722–1727
- [117] LUCADAMO, G. ; BARMAK, K. ; CARPENTER, D.T. ; LAVOIE, C. ; CABRAL, C. ; MICHAELSEN, C. ; RICKMAN, J.M.: Microstructure evolution during solid-state reactions in polycrystalline Nb/Al and Ti/Al multilayer thin-films. In: LAUGHLIN, D.E. (Hrsg.) ; RODBELL, K.P. (Hrsg.) ; THOMAS, O. (Hrsg.) ; ZHANG, B. (Hrsg.): *POLYCRYSTALLINE METAL AND MAGNETIC THIN FILMS* Bd. 562 IBM T J Watson Res Ctr; MMC Technol, 1999 (MATERIALS RESEARCH SOCIETY SYMPOSIUM PROCEEDINGS). – ISBN 1-55899-469-6, S. 159–164. – Symposium L on Polycrystalline Metal and Magnetic Thin Films, SAN FRANCISCO, CA, APR 05-08, 1999
- [118] LOO, F.J.J van ; RIECK, G.D.: Diffusion in the titanium-aluminium system I. Interdiffusion between solid Al and Ti or Ti-Al alloys. In: *Acta Metallurgica* 21 (1973), Nr. 1, 61 - 71

- [119] HASHIN, Z. ; SHTRIKMAN, S.: A variational approach to the theory of the effective magnetic permeability of multiphase materials. In: *Journal of Applied Physics* 33 (1962), Nr. 10, S. 3125–3131
- [120] KOLMOGOROV, A.N.: Statistical theory of crystallization of metals (in russisch). In: *Izvestia Akademia Nauk SSSR Ser. Mathematica* 1 (1937), S. 355–359
- [121] JOHNSON, W.A. ; MEHL, R.F.: Reaction Kinetics in processes of nucleation and growth. In: *Transactions of American Institute of Mining and Metallurgical Engineers* 135 (1939), S. 416–458
- [122] AVRAMI, M.: Kinetics of phase change. III: Granulation, Phase Change and Microstructure. In: *Journal of Chemical Physics* 9 (1941), S. 177–184
- [123] HUMPHREYS, F.J. ; HATHERLY, M. ; ROLLETT, A. (Hrsg.): *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2. Elsevier, 2004. – 658 S.
- [124] MARR, T. ; FREUDENBERGER, J.: *Patent: Verfahren zu Herstellung von Halbzeugen auf der Basis von intermetallischen Verbindungen*. 2011
- [125] MOYEN, B.J. ; LAHEY, P.J. ; WEINBERG, E.H. ; HARRIS, W.H.: Effects on intact femora of dogs of the application and removal of metal plates. A metabolic and structural study comparing stiffer and more flexible plates. In: *Journal of Bone and Joint Surgery* 60 (1978), Nr. 7, 940–947
- [126] OH, I.-H. ; NOMURA, N. ; MASAHASHI, N. ; HANADA, S.: Mechanical properties of porous titanium compacts prepared by powder sintering. In: *Scripta Materialia* 49 (2003), Nr. 12, 1197 - 1202
- [127] ALVAREZ, K. ; NAKAJIMA, H.: Metallic Scaffolds for Bone Regeneration. In: *Materials* 2 (2009), Nr. 3, 790–832
- [128] LI, Z. ; FU, L. ; FU, B. ; SHAN, A.: Effects of annealing on microstructure and mechanical properties of nano-grained titanium produced by combination of asymmetric and symmetric rolling. In: *Materials Science and Engineering: A* 558 (2012), Nr. 0, 309 - 318

### Liste eigener Veröffentlichungen Tom Marr

#### Wissenschaftliche Artikel

1. **T. Marr**, J. Freudenberger, L. Schulz, J. Scharnweber, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, U. Kühn, J. Eckert; *Damaszen Leichtmetall*, Metall, 64. Jhg., 1-2/2010: 25-27.
2. A. Helth, U. Siegel, U. Kühn, T. Gemming, W. Gruner, S. Oswald, **T. Marr**, J. Freudenberger, J. Scharnweber, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, L. Schultz, J. Eckert; *Influence of Boron and Oxygen on the Microstructure and Mechanical Properties of High-Strength Ti66Nb13Cu8Ni6.8Al6.2 alloys*, Acta Materialia, 61, 2013: 3324-3334.
3. **T. Marr**, J. Freudenberger, A. Kauffmann, J. Scharnweber, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, U. Siegel, U. Kühn, J. Eckert, U. Martin, L. Schultz; *Damascene Light-Weight Metals*, Advanced Engineering Materials, 12, 2010:1191
4. **T. Marr**, J. Freudenberger, D. Seifert, H. Klauß, J. Romberg, I. Okulov, J. Scharnweber, A. Eschke, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, U. Kühn, J. Eckert, L. Schultz; *Ti-Al Composite Wires with High Specific Strength*, Metals, 1, 2011: 79-97.
5. C. Ullrich, F. Schwarz, A. Franke, **T. Marr**, D. Rafaja, L. Krüger, J. Freudenberger; *Präparation von Magnesiumproben für EBSD mittels Ionenpolieren*, Practical Metallography, 5, 2012:290-304.
6. **T. Marr**, J. Freudenberger, A. Kauffmann, J. Romberg, I. Okulov, R. Petters, J. Scharnweber, A. Eschke, C.-G. Oertel, U. Kühn, J. Eckert, W. Skrotzki, L. Schultz; *Processing of Intermetallic Titanium Aluminide Wires*, Metals, 3, 2013: 188-201.
7. P. Chekhonin, J. Scharnweber, M. Scharnweber, C.-G. Oertel, T. Hausöl, H.W. Höppel, J. Jaschinski, **T. Marr**, W. Skrotzki; *Mechanical properties of aluminium laminates produced by accumulative roll bonding*, Crystal Research and Technology, 48, 8, 2013: 532-537
8. E. Knauer, J. Freudenberger, **T. Marr**, A. Kauffmann, L. Schultz; *Grain Refinement and Deformation Mechanisms in Room Temperature Severe Plastic Deformed Mg-AZ31*, Metals, 3, 2013: 283-297
9. J. Romberg, J. Freudenberger, J. Scharnweber, U. Gaitzsch, **T. Marr**, A. Eschke, U. Kühn, C.-G. Oertel, I. Okulov, R. Petters, W. Skrotzki, J. Eckert, L. Schultz; *Metallographic Preparation of Aluminum/Titanium Composites*, Zeitschrift: Practiacal Metallography, 2013, in Press



10. J. Romberg, J. Scharnweber, J. Freudenberger, H. Watanabe, U. Gaitzsch, **T. Marr**, A. Eschke, U. Kühn, C.-G. Oertel, I. Okulov, R. Petters, W. Skrotzki, J. Eckert, L. Schultz; *Effect of differential speed rolling on microstructure evolution and hardness of Ti/Al multilayer sheets*, Metals, 2013, eingereicht
11. I. V. Okulov, S. Pauly, U. Kühn, P. Gargarella, **T. Marr**, J. Freudenberger, L. Schultz, J. Scharnweber, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, J. Eckert; *Effect of Microstructure on the Mechanical Properties of as-cast Ti-Nb-Al-Cu-Ni Alloys for Biomedical Application*, Materials Science and Engineering: C, 2013, akzeptiert
12. I. V. Okulov, S. Pauly, U. Kühn, **T. Marr**, J. Freudenberger, L. Schultz, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, J. Eckert; *Microstructure and mechanical properties of high strength and low cost as-cast Ti-V-Al-Cu-Ni system alloys*, Acta Materialia, 2013, eingereicht.

#### Konferenzbeiträge

1. Vortrag: **T. Marr**, J. Freudenberger, A. Kauffmann, J. Scharnweber, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, U. Siegel, U. Kühn, J. Eckert, U. Martin, L. Schultz; *Damascene light weight metals*, Materials Science and Engineering, Darmstadt 2010.
2. Vortrag: **T. Marr**, J. Freudenberger, A. Kauffmann, J. Scharnweber, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, U. Siegel, U. Kühn, J. Eckert, U. Martin, L. Schultz; *Damascenleichtmetall*, 1st International ECEMP Kolloquium Dresden 2010.
3. Vortrag: **T. Marr**, J. Freudenberger, A. Kauffmann, J. Scharnweber, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, U. Siegel, U. Kühn, J. Eckert, U. Martin, L. Schultz; *Light weight metal compounds with ultra-fine grained microstructure*, Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Dresden 2011.
4. Vortrag: **T. Marr**, J. Freudenberger, J. Scharnweber, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, U. Kühn, J. Eckert, U. Martin, L. Schultz; *Ultra-fine grained light weight metal compound wires*, Light Metals Technology Conference, Lüneburg 2011.
5. Poster: **T. Marr**, E. Knauer, J. Freudenberger, A. Eschke, U. Martin, L. Schultz; *Room temperature deformation of MgAZ31 to high deformation strain*, International Conference on Magnesium Alloys and their Applications, Vancouver 2012.

## Patente

1. J. Freudenberger, **T. Marr**; *Verfahren zu Herstellung von Halbzeugen auf der Basis von intermetallischen Verbindungen*, Patentnummer: DE102011007898-A1; EP2514845-A1, eingereicht
2. J. Freudenberger, **T. Marr**, L. Giebeler; *Verfahren zu Herstellung eines Anodenmaterials*, Patentnummer: DE102011007899-A1, eingereicht

## Anhang A.

### Fehleranalyse zur Fließspannungsberechnung

Um Messfehler besser abzuschätzen und um die Fehler bei der Berechnung der Gesamtdehngrenze aus den Einzelkomponenten der Verbunde einzugrenzen, soll die folgende Fehlerrechnung für experimentell ermittelte und berechnete Größen eine Hilfestellung sein.

#### A.1. Fehler im Zugversuch

Die Dehngrenze  $\sigma_{y,zug}$ , die im Zugversuch bestimmt wird, errechnet sich aus der Kraft  $F_y$  bei Erreichen der Dehngrenze bezogen auf die Drahtquerschnittsfläche  $A^1$ . Der Fehler von  $F_y$  beträgt nach Herstellerangaben der Kraftmessdose 0,2 %. Der Fehler der benutzten Messlehre zur Drahtdurchmesserbestimmung beträgt 0,01 mm.

Eine fiktive Kraft von  $F_y = 5000 \text{ N}$  ( $\Delta F_y = 10 \text{ N}$ ), die auf die Querschnittsfläche  $A = \frac{\pi}{4} d^2 = 6,158 \text{ mm}^2$  ( $d = 2,8 \text{ mm}$ ,  $\Delta d = 0,01 \text{ mm}$ ) wirkt, bedeutet somit eine Spannung von  $\sigma_y = 812 \text{ MPa}$ . Das entspricht in etwa der höchsten gemessenen Dehngrenze im 2TiAl3 Verbund. Damit kann der Messfehler im Zugversuch nach oben hin abgeschätzt werden. Nach dem Gaußschen Fehlerfortpflanzungsgesetz ergibt sich  $\sigma_{y,zug}$  zu:

$$\Delta \sigma_{y,zug} = \sqrt{\left(\frac{\delta \sigma_y}{\delta F_y} \Delta F_y\right)^2 + \left(\frac{\delta \sigma_y}{\delta d} \Delta d\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{1}{\frac{\pi}{4} d^2} \Delta F_y\right)^2 + \left(-\frac{2 F_y}{\frac{\pi}{4} d^3} \Delta d\right)^2} = 6,02 \text{ MPa} \quad (\text{A.1})$$

Da die Querschnittsflächen aller Verbunde nahezu gleich sind, skaliert  $\Delta \sigma_y$  lediglich mit der aufgewendeten Kraft und wird somit kleiner, wenn kleinere Kräfte wirken.

#### A.2. Fließspannungsberechnung

Die Berechnung Verbunddehngrenze anhand der Nanohärte der Einzelkomponenten in Kapitel 4.10 ist jedoch erheblich umfangreicher. Daher soll die Fehlerrech-

---

<sup>1</sup>Der Fehler von  $\sigma_{y,zug}$  wird hier durch die technische Dehngrenze angenähert, während bei der Berechnung aus den Einzeldaten immer die wahre Dehngrenze genutzt wird.

nung exemplarisch am Verbund 2TiAl1 durchgeführt werden (ohne die Korrektur des Grenzflächeneffektes).

Wie im Text beschrieben, wird die gesamte Dehngrenze eines jeden Verbundes  $\sigma_{y,kalk}$  über das arithmetische Mittel der Dehngrenzen bestimmt, die sich ergeben wenn man den gesamten Verbund einmal durch die gemessenen Werte am Rand bestimmt ( $\sigma_{y,Rand}$ ) und einmal die in der Nähe der Drahtachse gemessenen Werte benutzt ( $\sigma_{y,Achse}$ ). Der Fehler  $\Delta\sigma_{y,kalk}$  berechnet sich damit zu:

$$\Delta\sigma_{y,kalk} = \sqrt{\left(\frac{\delta\sigma_{y,kalk}}{\delta\sigma_{y,Rand}}\Delta\sigma_{y,Rand}\right)^2 + \left(\frac{\delta\sigma_{y,kalk}}{\delta\sigma_{y,Achse}}\Delta\sigma_{y,Achse}\right)^2} \quad (A.2)$$

Dabei meinen  $\Delta\sigma_{y,Rand}$  und  $\Delta\sigma_{y,Achse}$  die Fehler von  $\sigma_{y,Rand}$  und  $\sigma_{y,Achse}$ . Im Folgenden wird nun der Fehler von 2TiAl1,  $\Delta\sigma_{y,kalk,2TiAl1}$  bestimmt. Nach Gleichung 4.3 ergibt sich  $\sigma_y = \frac{H}{k}$ , mit  $H$ , der Härte des Werkstoffes und einem Linearitätsfaktor  $k = 4,425$ . Aufgrund der zugrunde liegenden Daten ergibt sich  $\Delta k$  zu 0,011. Die Werte  $\Delta H$  meinen im Folgenden die Standardabweichung des Mittelwertes der Phase bzw. des Bereiches, auf den sich der Härtewert bezieht (praktisch gleichbedeutend mit den Fehlerbalken in Abb. 4.4a).

Der Verbund 2TiAl1 besteht aus einer Titanhülle der Härte  $H_1$  und dem Volumen- bzw. Flächenanteil  $\nu_1$  und 37 Ti/Al Filamenten die ihrerseits jeweils aus Titan der Härte  $H_2$  und dem Volumenanteil  $\nu_2$  und Al der Härte  $H_3$  und  $\nu_3$  bestehen. Wichtet man die Einzeldehngrenzen mit dem jeweiligen Volumenanteil des entsprechenden Bereiches, kann  $\sigma_{y,kalk,2TiAl1}$  so formuliert werden:

$$\sigma_{y,kalk,2TiAl1} = \frac{\sigma_{y,Achse,TiAl1} + \sigma_{y,Rand,TiAl1}}{2} \quad (A.3)$$

mit

$$\sigma_{y,Achse,2TiAl1} = \sigma_{A1} = \sigma_{A1}\nu_1 + \sigma_{A2}\nu_2 + \sigma_{A3}\nu_3 = \frac{H_{A1}}{k}\nu_1 + \frac{H_{A2}}{k}\nu_2 + \frac{H_{A3}}{k}\nu_3 \quad (A.4)$$

$$\sigma_{y,Rand,2TiAl1} = \sigma_{R1} = \sigma_{R1}\nu_1 + \sigma_{R2}\nu_2 + \sigma_{R3}\nu_3 = \frac{H_{R1}}{k}\nu_1 + \frac{H_{R2}}{k}\nu_2 + \frac{H_{R3}}{k}\nu_3. \quad (A.5)$$

Und damit ergeben sich die Fehler  $\Delta\sigma_{A/R1}$  von  $\sigma_{A1}$  und  $\sigma_{R1}$  aus Gl. A.4 und A.5 jeweils zu:

$$\Delta\sigma_{A/R1} = \sqrt{\left(\frac{\delta\sigma_{A/R1}}{\delta H_{A/R1}}\Delta H_{A/R1}\right)^2 + \left(\frac{\delta\sigma_{A/R1}}{\delta\nu_1}\Delta\nu_1\right)^2 + \left(\frac{\delta\sigma_{A/R1}}{\delta H_{A/R2}}\Delta H_{A/R2}\right)^2 + \left(\frac{\delta\sigma_{A/R1}}{\delta\nu_2}\Delta\nu_2\right)^2 + \left(\frac{\delta\sigma_{A/R1}}{\delta H_{A/R3}}\Delta H_{A/R3}\right)^2 + \left(\frac{\delta\sigma_{A/R1}}{\delta\nu_3}\Delta\nu_3\right)^2 + \left(\frac{\delta\sigma_{A/R1}}{\delta k}\Delta k\right)^2} \quad (A.6)$$

Die Werte für  $\Delta\nu_i$  ergeben sich aus den statistischen Fehlern der zu deren Bestimmung genutzten Dichtemessungen und den lichtmikroskopischen Messungen. Sie

sind in Tab. A.1 angegeben. Einige mussten jedoch geschätzt werden. Die gemessenen Mittelwerte für  $H_{Ai}$  und  $H_{Ri}$  genau wie deren statistische und experimentelle Fehler sind ebenfalls in der Tabelle angeführt. Die statistischen Fehler meinen die Standardabweichung des Mittelwerts, während der experimentelle Fehler der Standardabweichung des Einzelwertes entspricht. Letztere entstehen durch das Mitteln der Härtewerte im ausgewerteten Tiefenbereich des Eindrucks (80-90 nm) und sind in allen Fällen praktisch identisch.

**Tabelle A.1** Härtewerte, Volumenanteile und zugehörige Fehlerwerte für die Berechnung von  $\Delta\sigma_{y,kalk,2TiAl1}$ . Systematische Fehler können dabei nicht berücksichtigt werden.

Messwert	Mittelw.	Fehler			Einheit
		exp.	statist.	gesamt	
$\nu_1$	0,374	n.a.	0,009	0,009	1
$\nu_2$	0,239	n.a.	0,012	0,012	1
$\nu_3$	0,387	n.a.	0,008	0,008	1
$H_{A1}$	3,34	0,02	0,14	0,16	GPa
$H_{A2}$	4,26	0,02	0,39	0,41	GPa
$H_{A3}$	2,14	0,02	0,13	0,15	Gpa
$H_{R1}$	3,34	0,02	0,13	0,15	GPa
$H_{R2}$	3,82	0,02	0,17	0,19	GPa
$H_{R3}$	2,19	0,02	0,09	0,11	GPa
k	4,425		0,011	0,011	GPa/MPa

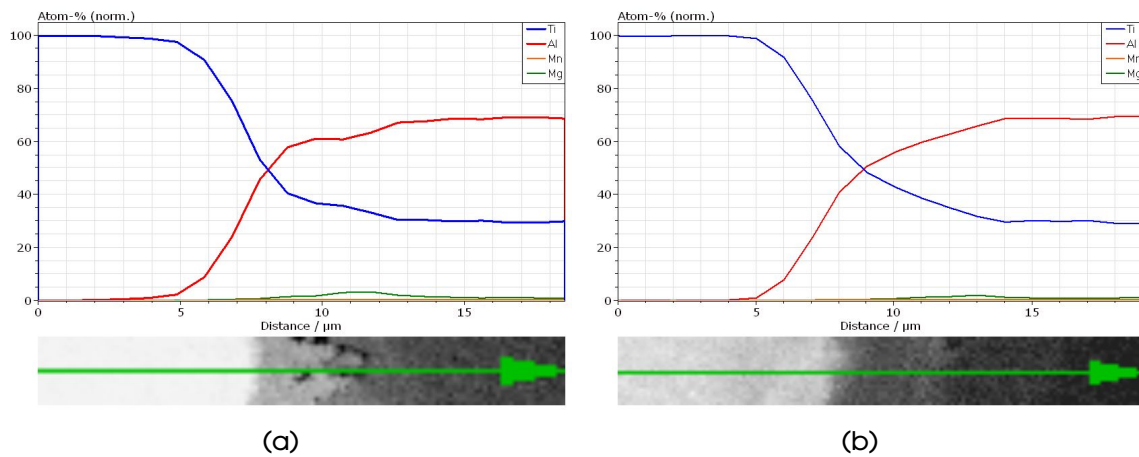
Wenn auf diese Art die Fehlerwerte für  $\Delta\sigma_{A/R1}$  mit der Hilfe von Tab. A.1 bestimmt wurden, sowie die Werte  $\sigma_{y,Achse,2TiAl1}$ ,  $\sigma_{y,Rand,2TiAl1}$  und  $\sigma_{y,kalk,2TiAl1}$ , kann die Ungenauigkeit der Dehngrenze des Gesamtverbundes 2TiAl1 mit Hilfe von Gleichung A.2 bestimmt werden.

Für die Verbunde 2TiAl2 und 2TiAl3 sind die Rechnungen entsprechend umfangreicher. Die Ergebnisse der Berechnungen sind in Tab. 4.3 aufgeführt, die Berechnungen selbst sind aufgrund deren Umfangs hier nicht aufgeführt.

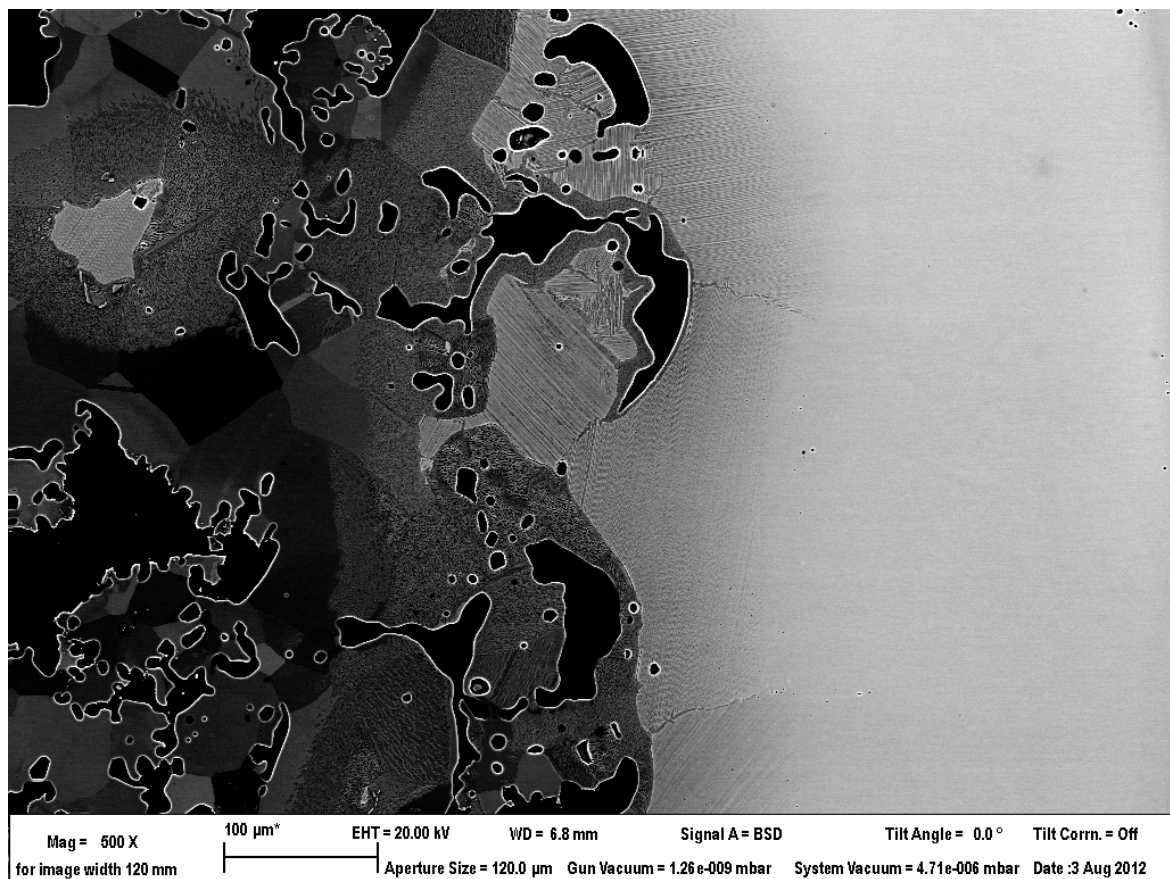


## Anhang B.

### Bildanhang



**Abbildung B.1** EDX-Linienmessung über die Phasengrenze der bei 580° C im Widerstandsofen wärmebehandelten Drahtprobe. Die beiden Messungen verlaufen von Titan zu  $\text{TiAl}_3$ . Eine dritte Phase direkt an der Phasengrenze ist im Rückstreuungselektronenkontrast zu erkennen, kann aber mittels EDX praktisch nicht aufgelöst werden.



**Abbildung B.2** Übergangszone von Rand zu Kern der bei 1300° C wärmebehandelten Drahtprobe. In diesem Bereich ist deutlich ein lamellares Gefüge zu erkennen, wie es für das entsprechende Zweiphasengebiet laut Zustandsdiagramm erwartet wird. Innerer Kern des Drahtes (links,  $\gamma$ -TiAl) und äußerer Drahttrand (rechts,  $\text{TiAl}_3$ ) sind dagegen einphasig und homogen entsprechend ihrer Zusammensetzung.



## Mein besonderer Dank gilt...

Prof. Dr. Ludwig Schultz, für die herzliche Aufnahme am Institut für Metallische Werkstoffe des IFW Dresden e.V. und seine „unsichtbare Hand“, mit der er mich und viele andere Doktoranden in seiner Obhut hatte. Er hat es verstanden, ein Gemeinschaftsgefühl innerhalb des Instituts zu schaffen, dass immer zu einer konstruktiven Arbeitsatmosphäre beigetragen hat und freundschaftliches Miteinander ermöglichte.

Dr. rer. nat. et Ing. habil. Jens Freudenberger, für die herausragende Betreuung während der gesamten Zeit der Arbeit, die vielen fachlichen, menschlichen und manchmal ganz belanglosen Gespräche, für das Mutmachen, die neue Motivation wenn es mal haperte, für seinen unermüdlichen Einsatz auch jenseits des Pflichtteils. Ich möchte Danke sagen für den ausgezeichneten Tee, die ungezählten Kekse, Schokolinsen, Gummibärchen, Honigwaffeln, Quittenkuchen, Marmorkuchen, exotischen Schokoladensorten (Himbeer-Meersalz!) und Salzstangen. Und ich danke ihm ganz besonders dafür, dass er auch einfach mal „Danke“ sagt.

Prof. Dr.-Ing. Ulrich Martin danke ich herzlich für die Erstellung des Zweitgutachtens, sowie die vielen guten Anregungen und Ideen in der Startphase der Arbeit.

Ich danke meinen Schicksalsgefährten für die immerwährende gegenseitige Unterstützung, den fachlichen Austausch und die gegenseitige Hilfe bei allen kleinen und großen Problemen. Besonders zu nennen sind hier Thomas Freudenberg, Dr.-Ing. David Geißler, Alexander Kauffmann, Enrico Knauer, Lukas Löber und Jan Romberg.

Ich möchte allen Mitarbeitern der Abteilung Metallphysik für die hervorragende und fast immer reibungslose Zusammenarbeit danken. Ganz besonderer Dank gilt an dieser Stelle Dirk Seifert, ohne den ein Großteil der Umformarbeit kaum zu bewältigen gewesen wäre. Micha Frey, Hansjörg Klauß, Siegfried Neumann, Christian Rodig, Hans-Peter Trinks und Tino Wolf möchte ich hier ebenfalls besonders erwähnen.

Nicht zuletzt will ich den vielen Diplomanden, Doktoranden, Techniker, Belegstudenten und Wissenschaftlern auch aus anderen Abteilungen danken, die das Doktorandenleben erst richtig ausfüllen und spannend halten: Anja Backen, Dr. Varvara Brackmann, Florian Bittner, Anett Diestel, Silja Dubiel, Franziska Dyhrenfurth, Andy Eschke, Svea Fleischer, Dr. Annett Gebert, Dr. Lars Giebeler, Konrad Güth, Veronika Hähnel, Sandra Kauffmann-Weiß, Anja Kießling, Maria Krautz, Dr. Uta Kühn, Inge Lindemann, Konrad Löwe, Dr.-Ing. Verena Maier, Gilberto Melchior, Christine Mickel, Christiane Mix, Dr. Elias Mohn, Ilya Okulov, Darius Pohl, Almut Pöhl, Jörg Pribbenow, Ludwig Reichel, Dr. Samuel Sanchez Ordonez, Juliane

Scharnweber, Kerstin Schröder, Tina Sturm, Yin Song, Kristina Tschulik, Franziska Thoss, Henning Turnow, Julia Vogt, und Dr. Horst Wendrock.

An letzter Stelle, aber nicht zuletzt danke ich meiner Familie und Steffi für das wohlmeinende Aushalten meiner Fehler, Exzentrik und gereizten Phasen.

Diese Arbeit wurde unterstützt durch die Europäische Union und den Freistaat Sachsen im Rahmen des European Center for Emerging Materials and Processes (ECEMP) unter der SAB Vertragsnummer 100111842.